Agilent Technologies

6850 Series II GC ユーザインフォメーション

目次

重要なお知らせ

安全上の重要な注意 3
安全性と規制上の認定 8
安全シンボル 10
電磁波障害について 11
その他 12

概要

ディスプレイとキーパッド 13
メソッドとメモリ 14
メソッドの読み込み 15
ランコントロール機能 15
ガスの配管と接続 16
電気の配線と接続 17
データ転送速度 20
キーパッドロックアウト 20

カラムとトラップ

オーブンを開ける 21
キャピラリカラムハンガー 22
キャピラリカラム接続用のフェラル ..22
充填メタルカラムで使用するフェラル 23
ガラス充填カラムで使用するフェラルと O リング 24
キャピラリカラムのコンディショニング 25
充填カラムのコンディショニング 26
ケミカルトラップ類のコンディショニング 26
キャピラリカラムを取り付ける 27
金属充填カラムを取り付ける 43
ガラス充填カラムを取り付ける 49

日常の操作

GC をスタートするには 51
サンプルを分析するには 51
GC をシャットダウンするには 53

性能のベリフィケーション

必要なソフトウェア 54
TCD 検出器のチェックアウト 54
FID チェックアウト 61
オ ECD チェックアウト 67
FPD 検出器のチェックアウト 74

メッセージ

メッセージタイプ 81
Not Ready メッセージ 83
Warning メッセージ 84
Sequence warning メッセージ 86
サービス警告メッセージ 89
Shutdown メッセージ 89
Fault メッセージ 92

日常のメンテナンス : 一般

一般的な警告 100
メンテナンススケジュール 102
Swagelok 接続 103
GC 保守作業の準備 104

目次

オーブンを開ける 104
リッドトップカバーの取り外し 105
サンプリングバルブの保守（ダイヤフラム型）..... 106
サンプリングバルブの保守（ロータリー型）..... 110
補助 EPC モジュールの保守 116

日常のメンテナンス : 注入口

スプリット / スプリットレス注入口のメンテナンス 120
パージ付き充填カラム注入口のメンテナンス 134
PTV のメンテナンス 150
Cool On-Column 注入口のメンテナンス 166

日常のメンテナンス : 検出器

熱伝導度検出器（TCD）のメンテナンス 184
フレームイオン化検出器（FID）のメンテナンス 187
Microcell Electron キャプチャ検出器（オ ECD）のメンテナンス 200
炎光光度検出器（FPD）のメンテナンス 208

自動液体サンプラとインジェクタ

分析前のチェックリスト 217
サンプルの分析 217
サンプルバイアルを準備する 218
溶媒ボトルと廃液ボトルを準備する 220
シリンジ 221
Cool on-column 注入口 228
6850 自動液体サンプラ 229
6850 自動インジェクタ 236
フォールト 239
サンプラまたはインジェクタを 6850 GC に装着する 242
インジェクタマウンティングブラケットとポストを取り付ける 243

据え付け

据え付けのチェックリスト 244
IP アドレスの設定 245
排気管の安全な接続 247
冷媒によるオーブン冷却システムの準備 247
コンフィグレーション 252

設置の条件

GC 設置に必要なスペースと環境 254

サンプリング技術ハンドブック

重要なお知らせ
6850 ガスクロマトグラフについて

© Agilent Technologies, Inc. 1998, 1999, 2000, 2002, 2004

すべての権利は留保されています。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく本書の複製、翻案、翻訳をすることは法律で禁じられています。

Vespel® は、E.I. duPont de Nemours Co., Inc. の登録商標です。

Swagelok® は、Swagelok Company の登録商標です。

Kalrez® は、DuPont Dow Elastomers の登録商標です。

Merlin Microseal™ は、Restek Corporation の商標です。

GRAPHPACK™ は、GERSTEL GmbH & Co.KG の商標です。

部品番号 G2630-96329

初版 2004 年 3 月

このマニュアルは、G2630-97327、G62630-97328『6850A シリーズガスクロマトグラフ』の改訂版です。

Printed in USA

安全上の重要な注意

6850 GC を使用する際には、以下の安全上の注意に十分留意してください。

GC の内部では多くの部分で危険な高電圧が掛かっています：

GC が電源に接続されていると、電源スイッチを OFF にした状態でも、以下の部分には危険な電圧が掛かっています。

- GC 電源コードから AC 電源までの配線、AC 電源自体、および AC 電源から電源スイッチまでの配線。

GC の電源スイッチが ON になっていると、以下の部分には危険な電圧が掛かっています：

- 装置内にあるすべての電子回路ボード
- これらのボードを接続している内部配線やケーブル
- ヒーター（オーブン、検出器、注入口、バルブボックス）の配線

警告 これらすべての部品はカバーに覆われて遮蔽されています。カバーは定まった位置に正しく取り付けて、危険な電圧に接触する事故が起こらないようにしてください。特に指示のない限り、検出器、注入口、オーブンが ON の状態、または電源コードを挿したままの状態でカバー取り外さないでください。

警告 電源コードの絶縁体が摩耗したり、古くなった場合は、交換する必要があります。担当の Agilent サービスエンジニアにご連絡ください。

静電気は GC の電子部品を損傷します

静電気による放電は GC 内部のプリント回路（PC）基板に損傷を与えるおそれがあります。絶対に必要でない限り、こららのボードに触ってはいけません。これらのボードを取り扱う場合は必ず接地したリストストラップを着用し、ボードはその両端を持ってください。

高温の部分が多数あります

稼働中の GC は多くの部分が高温になっており、火傷の危険があります。高温になる部品には以下のものがありますが、この限りではありません：

- 注入口
- オーブンとその内部
- 検出器
- カラムを注入口や検出器に取り付けているカラムナット
- バルブボックス

これらの部分で作業する場合は、GC のその部分を室温まで冷却してから作業してください。より速やかに冷却するには、加熱ゾーンの温度を室温にセットします。設定温度になったら、その部分を OFF にしてください。高温の部品でメンテナンスを実施しなくてはならない場合は、レンチを使用し、手袋を着用してください。メンテナンス作業をする場合は常に、作業の前にできる限り作業部分を冷却しておいてください。

警告 装置の背面で作業をする場合は気を付けてください。冷却中、GC から放出される高温の排気により火傷を負うおそれがあります。

断熱材繊維は刺激性があります

警告 注入口、検出器、バルブボックス、断熱カップ周辺の断熱材は耐火性セラミックファイバーで作られています。ファイバー粒子の吸入による中毒を避けるため、安全のために次のことを行ってください。作業場の換気を行います。長袖の服、手袋、保護メガネ、使い捨ての防塵マスクを着用します。不用になった断熱材は密閉したプラスチック袋に入れて処分します。断熱材を扱う作業を終えたら、低刺激性の石鹸と冷水で手を洗います。

水素

検出器には、キャリアガスまたは燃焼ガスとして水素を使用するものがあります。水素に空気が混じることで、爆発性混合物となることがあります。

警告 キャリアガスや燃焼ガスとして水素（H2）を使用する場合は、水素がオーブンの中に流れ出ると爆発を引き起こすおそれがあることに留意してください。このため、すべての接続が完了するまでは絶対に水素ガスの供給を行なわないでください。また、装置に水素ガスを供給する場合は、必ず注入口と検出器のカラム接続部にカラムを接続するか、キャップでふさいでおいてください。

警告 水素は可燃性です。漏れたガスが気密な空間に閉じ込められると火事や爆発を引き起こすおそれがあります。水素を使用するいかなるアプリケーションにおいても、装置を操作する前に、すべての接続、配管、バルブで漏れテストを実施します。装置について作業する場合は、その前に必ず、水素をその供給源で止めてください。

水素ガスを使用する場合には、各国の保険安全（EHS: Environmental Health and Safety）要件に基づき、ガスが漏れていないかを確認し、火災や爆発を起こさないようにしてください。タンク交換やガス管の修理を行った後には、必ずガス漏れがないか確認してください。また、必ずベントラインが換気フードに接続されていることを確認してください。

Microcell Electron キャプチャ検出器（μECD）

ここでは、μECD に関するライセンス情報、取り扱い上の注意事項、安全基準について説明します。

μECD には、放射性同位元素 ^{63}Ni でメッキしたセルが含まれています。^{63}Ni は、β 粒子を放出し、これがキャリアガスの分子に衝突すると、低エネルギーの電子が生成されます。各 β 粒子は、約 100 個の電子を生成します。自由電子は基準電流または定常電流と呼ばれる微弱な電流を発生させ、この電流が収集されて測定されます。

^{63}Ni 同位元素

セルで使用されている放射性同位元素は ^{63}Ni です。これはセル本体内部の表面にメッキされており、クロマトグラフィーで使用される温度では固体です。その他の特性を表 1 に示します。

表 1. ^{63}Ni の特性

半減期 :	101.1 年
放射 :	最大 65.87 keV、ベータ線
融点 :	1453 ℃
μECD の活性部分の大きさ :	カラム内径 :6 mm 高さ 4.2 mm
総放射能（μECD セル）:	最大 555 MBq（15 ミリキュリー）

μECD のライセンス

アメリカ合衆国のお客様は、一般ライセンスまたは個別ライセンスのどちらかで μECD を購入することができます。合衆国以外のお客様は、お近くの弊社営業所にお問い合わせください。

以下に示すライセンスの詳細は、合衆国の規定に従ったものです。

個別ライセンス

μECD の個別ライセンスでは、米原子力規制委員会（NRC : Nuclear Regulatory Commission）または各州の機関から材料認可を受け、検出器で使用する放射性同位元素の種類や量に関して、保持の許可を得る必要があります。一般に、他の個別ライセンス取得者に μECD を輸送、販売、譲渡することができます。ライセンスが許せば、μECD を開いて清掃することも可能です。

一般ライセンス

一般ライセンスの μECD では、材料認可は必要ありません。当社から直接 μECD を購入すると、自動的に一般ライセンス取得者となります。州によっては、μECD を州の機関に登録する必要があります。

一般ライセンスには、次のような制限があります。

- μECD セルを開けることはできません。
- セルに対していかなる変更も行うことはできません。
- セルの中を清掃する目的で、水を含むいかなる溶媒を使用することもできません。
- μECD に付属の過熱防止回路の動作を阻害したり、破壊したりするような行為は禁止します。

- 法令に明記されていない限り、μECD を他者に渡したり、他の場所に移送したりできません。
- 最低 6 カ月に一度、または各地の機関で規定された頻度で、放射性同位元素の漏れテストを行う必要があります。
- 各地の機関（NRC か、州によってはその州の機関）の規定に従い、記録を維持管理する必要があります。
- 危険な状況になる可能性がある事態や故障が発生した場合には、各機関に連絡する必要があります。

詳しい情報は、『Information for General Licensees』（部品番号 5961-5664）に記載されています。

μECD の警告

このエネルギーレベルのベータ粒子は透過力が弱く、皮膚の表層や数枚の紙でそのほとんどが遮られますが、同位元素を摂取したり吸い込んだりすると危険です。そのため、セルの扱いには注意してください。放射能の漏れテストは定められた頻度で実施し、検出器を使用していない時は、注入口と排出口の取り付け具をキャップでふさいでください。また、検出器の中には腐食性薬品を入れないようにし、検出器からの放出物は研究施設外に排出してください。

警告 ^{63}Ni 線源に反応する物質で、揮発性生成物を構成するものや、メッキ被膜を物理的に劣化させるものは使用しないでください。そのような物質としては、酸化化合物、湿性のハロゲン、湿性の硝酸、水酸化アンモニウム、硫化水素、PCB、一酸化炭素があります。ここに挙げたものがすべてではなく、63Ni 検出器に損傷を与える可能性のある化合物の種類を示したものです。

警告 ごくまれなことではありますが、オーブンと検出器の過熱された部分が同時に熱暴走（加熱が制御不可能となり、最大 400 ℃を超える）を起こし、検出器がこの状態に 12 時間以上さらされた場合には、以下の手順を実行してください。

- メイン電源を OFF にして装置を冷やし、検出器の注入口と排出口の開口部をキャップでふさぎます。使い捨てのビニール手袋を着用し、研究所の通常の安全基準に従ってください。
- 交換のためにセルを返送します。詳しくはお近くの営業所にお問い合わせください。
- 誤使用の状況を説明したメモを添付してください。

このような状況は非常にまれですが、それでも放射性物質がセルから外に漏れることはほとんどありません。しかし、セルの中の ^{63}Ni 被膜が損傷している可能性があるため、交換のためにセルを返送する必要があります。

警告

μECD の清掃には溶媒を使用しないでください。

各地域の原子力規制機関による認可を受けていないかぎり、μECD セルを開けないでください。4 本あるソケット穴付きボルトには触れないでください。このボルトは、セルの各半分をひとつに固定しています。このボルトを外したりゆるめたりすると、一般ライセンスの侵害となり、安全上の問題が起こる可能性があります。

μECD を取り扱う上での安全基準

常に以下の基準に従ってください。

- μECD を扱う際には、飲食や喫煙は絶対に行わないでください。
- 開けた μECD で作業したり、その近くで作業する場合には、常に保護メガネを着用してください。
- 研究用ジャケット、保護メガネ、手袋などの防護服を着用し、研究所の慣例に従ってください。μECD を操作した後は、刺激の弱い非磨耗性の洗剤で完全に手を洗ってください。
- μECD を使用していないときは、注入口と排出口の取り付け口にキャップをしてください。
- μECD の排気口は換気フードに接続するか、外部に排出してください。

内径が 6 mm（1/4 インチ）以上の排気管を使用することをお勧めします。この程度の太さがあれば、長さはさほど問題にはなりません。

安全性と規制上の認定

6850 GC は、以下の安全基準に準拠しています。

- Canadian Standards Association（CSA）:C22.2 No. 1010.1
- CSA/Nationally Recognized Test Laboratory（NRTL）:UL 61010A-1
- International Electrotechnical Commission（IEC）:61010-1
- EuroNorm（EN）:61010-1

6850 GC は、電磁環境適合性（EMC）および無線周波数干渉（RFI）に適合しています。

- CISPR 11/EN 55011:Group 1, Class A
- IEC/EN 61326
- AUS/NZ

この ISM 装置は、カナダの ICES-001 に準拠しています。Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB-001 du Canada.

CE

6850 GC は、ISO 9001 に登録された品質システムの元で設計と製造が行われています。

お知らせ

弊社の 6850 ガスクロマトグラフは、以下の IEC（International Electro-technical Commission）規格に適合しています。Safety Class I, Transient Overvoltage Category II, Pollution Degree 2。

本装置は承認された安全基準に従って設計とテストが行われており、屋内使用として設計されています。この装置を製造者が指示した以外の方法で使用すると、装置が持つ安全機構が正常に機能しないおそれがあります。6850 ガスクロマトグラフの安全保護が危険にさらされたときは、必ず装置からすべての電源を取り外し、予期しない操作から装置を守ってください。

サービスは、資格を持ったサービスエンジニアにお任せください。この装置に対して部品を交換したり、あるいは認められていない改造を施すことは危険をもたらすおそれがあります。

この装置の重量は約 23 kg です。移動するには、2 人で装置の底を持ち上げ、立てた状態で移動してください。

Sound Emission Certification for Federal Republic of Germany

音圧

音圧レベル Lp < 48 dB（A）（DIN-EN 27779 準拠）

冷媒冷却バルブオプションが取り付けられている 6850 の運転時で、冷却バルブ操作中に短い噴射パルスの音圧は 92.5 dB（A）です。

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel LP < 48 dB（A）nach DIN-EN 27779.

Bei Betrieb des 6850 mit Cryo Ventil Option treten beim Oeffnen des Ventils impulsfoermig Schalldrucke Lp bis ca.92.5 dB（A）auf.

安全シンボル

本装置の運転操作、維持、修理のすべての過程で、マニュアルまたは装置に書かれている警告を守る必要があります。これらの注意事項に従わない場合は、設計上の安全基準と装置の意図した使用の両方に違反します。Agilent Technologies 社はこれらの要求に従わないお客様に対して責任を負いません。

マニュアル上の表記

警告 警告は、身体を損傷するおそれのある状態や状況について注意を喚起します。

注意 注意は、装置または作業を破損するおそれのある状態や状況について注意を喚起します。

装置上の表記

詳しくは、添付の説明をお読みください。

表面が高温であることを示します

高電圧で危険なことを示します

アース（接地）端子を示します

爆発の危険を示します

放射能の危険を示します

静電気の危険を示します

指詰めの危険を示します

電磁波障害について

この装置は CISPR 11 基準（国際無線障害特別委員会）に適合しており、以下の 2 つの条件を満たしています。

1. この装置が不要な電磁波の原因とならないこと。
2. この装置が誤作動の原因となる干渉を含め不要な電磁波を許容できること。

この装置が有害な電磁波の原因となり、ラジオまたはテレビ受信を妨害しているかどうかは、装置の電源を ON/OFF して直接確かめることができます。有害な電磁波を発生している場合には、以下の対策をお試しください。

1. ラジオまたはテレビアンテナの向きを変える。
2. この装置をラジオまたはテレビから遠ざける。
3. 装置の電源を別の電源系統から取り、装置の電源系統をラジオまたはテレビと分離する。
4. すべての周辺機器についても同様に確認する。

5. 装置と周辺機器が適切なケーブルを使用して接続されていることを確認する。
6. 装置の販売業者、Agilent Technologies 社、または経験を持つ技術者に相談する。
7. Agilent Technologies 社により明示的に承認されていない変更や改造を行った場合、装置の使用権が無効になる可能性があります。

その他

ヒューズとバッテリ

表 2 および表 3 に、正しい運用に必要なヒューズとバッテリの一覧を示します。ただし、これらに触れることができるのは、弊社のサービスエンジニアだけです。

表 2. AC ボードのヒューズ

指定ヒューズ	線間電圧	ヒューズの定格と種類
F1、F2	すべて	6 A、ガラス管、IEC タイプ F、非遅延型
F3、F4	すべて、通常のオーブン	15 A、セラミック管、IEC タイプ F、非遅延型
	すべて、高速過熱オーブン	20 A、セラミック管、IEC タイプ F、非遅延型

表 3. メインボードのヒューズ

指定ヒューズ	ヒューズの定格と種類
F1、F2、F3	5 A、250 VAC、IEC 127 タイプ f（非遅延型）、セラミック管

メインボードのバッテリは BT1 で、3 ボルトのリチウムバッテリ Panasonic BR3032 です。

クリーニング

装置の外面をクリーニングするには、電源を外し、湿らせた糸くずの出ない布で拭いてください。

製品のリサイクル

リサイクルについては、お近くの弊社営業所にお問い合わせください。

概要

6850 ガスクロマトグラフ（GC）はシングルチャンネルの装置で、図 1 に示すとおり、ひとつの注入口、ひとつのカラムオーブン、ひとつの検出器、シンプルなキーパッドとディスプレイがあります。

この GC を使用するには、**メソッド**と呼ばれる操作命令のセットを作成します。メソッドを作成するには、オプションの G2629A コントロールモジュール、あるいは Agilent ケミステーションや Agilent Cerity Networked Data System for Chemical QA/QC などのコンピュータベースコントロール装置を使用します。これらで作成したメソッドは GC に読み込んで保存できます。

他にもできることは：

- 自動インジェクタや、ガスサンプリングバルブまたは液体サンプリングバルブなどの、試料導入システムを使用して分析を自動化できます。
- コントロールモジュールを使用すると、1 台の 6850 GC から別の 6850 GC にメソッドを移転したり、PC フラッシュメモリカードにメソッドを保存したり、装置でトラブルを診断したり、各種テストや点検を実行できます。

ディスプレイとキーパッド

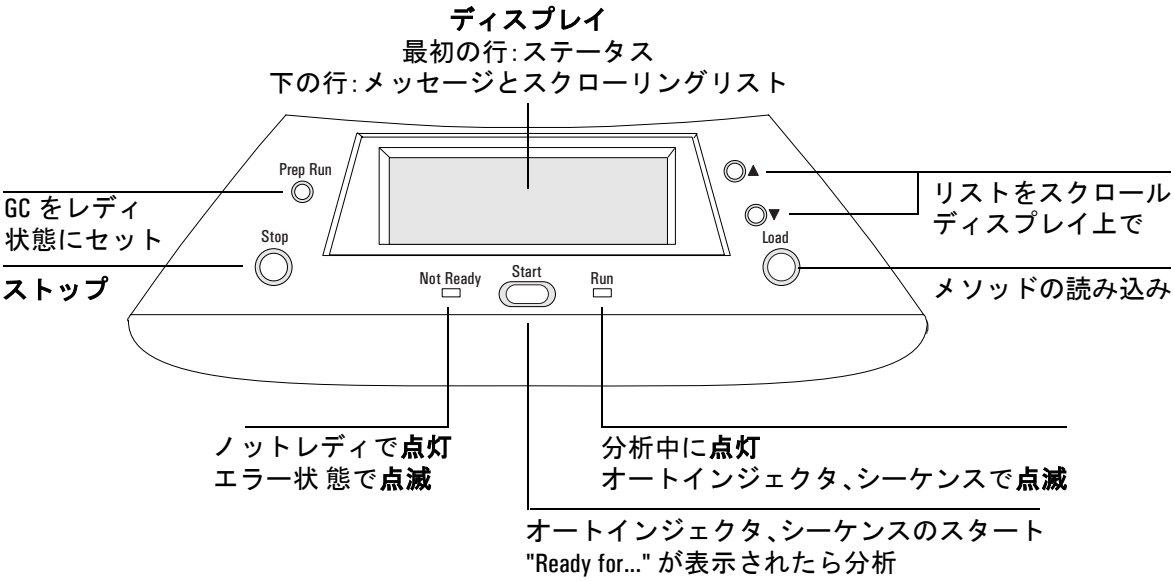


図 1.　ディスプレイとキーパッド

キーパッド機能の幾つかは、コントロールモジュールやケミステーション / Cerity Chemical によって無効にされていることがあります。たとえば、特定の分析専用の "run-only" ユニットを作成するような場合です。"run-only" GC の作成について学ぶには、ケミステーション /Cerity Chemical やコントロールモジュールに付属のマニュアルを参照してください。

コントロールモジュールまたはデータシステムからの設定により、実行中にスクローリングディスプレイには次の内容が表示されます。

- オーブン温度
- 注入口圧力
- カラム流量
- 生の検出器シグナル
- メッセージ
- シーケンス情報
- Run time

メソッドとメモリ

メソッドとは、注入されたサンプルを GC がどのように分析するかコントロールする各種設定値（時間、温度、メニュー選択、ON/OFF 設定など）のグループです。

工場出荷時には、3 つのメソッドが読み込まれています：

- デフォルトの設定値になっているアクティブメソッド（下記で簡単に説明）
- 検出器で使用するチェックアウトメソッド
- GC のサービスに使用する SERVICE メソッド。このメソッドは必要に応じて変更できます。詳細は コントロールモジュールあるいは GC ケミステーション /Cerity Chemical のマニュアルを参照してください。

GC 長期メモリ

コントロールモジュールあるいはケミステーション /Cerity Chemical を使用してメソッドに名前を付け、長期メモリに保存します。電源を OFF にしてもバックアップバッテリにより記憶内容は失われません。

最高 6 つまでのメソッドを定義して GC に保存できます。6850 装置コンフィグレーションに一致する 6890 シリーズ GC のメソッドは、6850 でも使用できます。詳細な説明については Agilent GC ケミステーション /Cerity Chemical のマニュアルを参照してください。

アクティブメソッド

アクティブメソッドは現在 GC が使用しているメソッドです。現在のメソッドと異なったメソッドを使用するには、それを**読み込ま**なくてはなりません。異なったメソッドが読み込まれると、GC コンポーネントは新しいメソッドで指定されたコントロール値に、即座に変更を開始します。

メソッドが読み込まれた後で、そのメソッドを変更すると、ディスプレイはその名前の後に + 符号を付けて表示します。たとえば、`Default+` は、`Default` というメソッドを変更したことを意味します。コントロールモジュールあるいはケミステーション /Cerity Chemical を使用して、必要に応じて変更を保存します。

メソッドの読み込み

既存のメソッドを読み込むには：

1. GC キーパッドのスクロールボタンを使用して、読み込みたいメソッドをディスプレイに表示します。
2. `Load` キーを押します。
3. 選択したメソッドが読み込まれ、アクティブメソッドになります。GC は即座に新しい設定値に変更を開始します。

メソッドが完全に読み込まれるには 2 ～ 3 秒かかります。Not Ready ライトが点灯し、GC が安定するまでそのまま点灯します。安定に要する時間は、新しい設定値と前の設定値がどれぐらいかけ離れているかにより異なります。

ランコントロール機能

ガス

GC はすべてのガス圧力を自動的にコントロールします。メソッドでの温度やプログラムにより圧力は調整されます。

コントロールモジュールあるいはケミステーション /Cerity Chemical を使用して、注入口、カラム、検出器に流れるガスを圧力または流量として入力します。注入口流量やカラム流量を使用するには、カラムの寸法を入力してカラムを定義しておく**必要があります**（詳細についてはお手持ちのコントロールモジュールあるいはケミステーション /Cerity Chemical マニュアルをご覧ください）。GC の流量コントロール機能を活用するには、カラムを定義することを強くお勧めします。

カラムオーブンとカラム

コントロールモジュールあるいはケミステーション /Cerity Chemical を使用して、ホールド期間で区切られた 6 つまでの温度ランプをプログラムできます。

カラムに流れるキャリアガスの挙動をコントロールするには、定流量またはランプ流量、あるいは定圧力またはランプ圧力を指定します。GC は分析の開始から終了までのすべてで、たとえ温度プログラムであっても、指定されたガスの挙動を維持します。流量モードはカラムが定義されている場合にのみ利用できます。

オートメーション

コントロールモジュールあるいはケミステーション /Cerity Chemical を使用して以下のことができます：

- インジェクタコントロールパラメータ（サンプルサイズ、シリンジサイズ、サンプルポンピング回数、その他の注入パラメータ）の設定
- **ランテーブル**を構築し、注入後の指定された時間にコマンドを実行
- **クロックテーブル**を構築し、その日の指定された時刻にコマンドを実行
- **シーケンス**を作成し、複数のサンプル（一連のバイアルまたはストリーム選択バルブのポジション）をアクティブメソッドで分析
- ガスサンプリングバルブや液体サンプリングバルブを使用したサンプル導入
- マルチポジションストリーム選択バルブのコントロール

ガスの配管と接続

すべてのガス配管は、図 2 に示されるとおり、本体とリッドバックパネルに接続します。

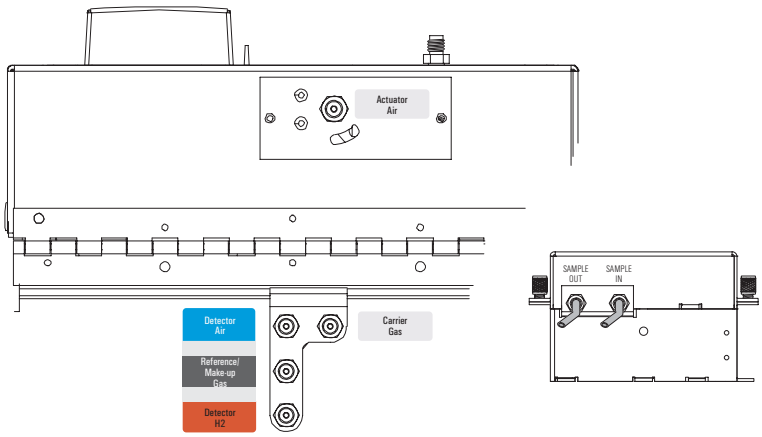


図 2.　ガスの接続

- **Actuator gas** - バルブやその他のデバイスではそれらを駆動するガス（通常、圧縮空気）を必要とします。このガスは高い純度を必要としません。デバイスを駆動する際に、供給圧力が変動するおそれがあり、アクチュエータガスは FID 検出器に使用する空気とは別の供給源から供給する必要があります。
- **FID H_2** - フレームイオン化検出器（FID）の燃焼ガスに使用します。
- **Ref/makeup gas** - FID または熱伝導率検出器（TCD）用のメークアップガスです。TCD では、リファレンスガスとしても使用されます。リファレンス / メークアップガスはキャリアガスと同じものである必要があり、同じ供給源から取り出すことができます。
- **FID air** - 検出器の助燃ガスとして使用し、バルブなどを使用する場合は、アクチュエータガスとは別系統から取らなければなりません。
- **Carrier gas** - カラムの中でサンプルを展開する移動相のガス。

電気の配線と接続

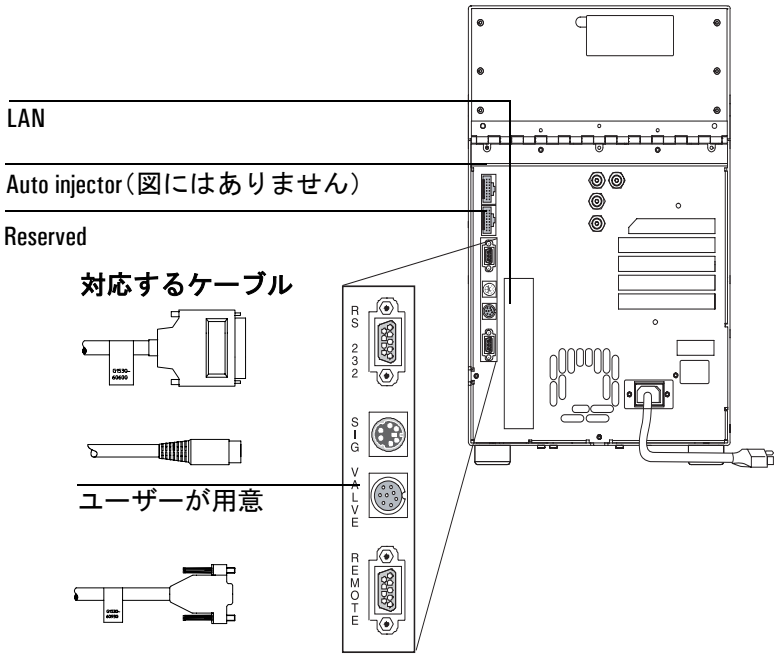


図 3.　電気の配線と接続

Auto injector

オートマチックインジェクタをコントロールします

Reserved

将来の開発用で、使用されていません

RS-232 コネクタ

LAN ではない外部コンピュータやデータ収集システムとの接続にはこのコネクタを使用します。

表 4. RS-232 コネクタ

ピン	機能	入力または出力
1	接続されていない	
2	RXD	入力
3	TXD	出力
4	DTR	出力
5	GND	
6	DSR	入力
7	RTS	出力
8	CTS	入力
9	接続されていない	

SIG コネクタ

SIG コネクタは、3395/96/97 のような、Agilent インテグレータ装置との通信に使用されます。または、アナログレコーダに接続することもできます。

表 5. SIG コネクタ

ピン	機能
1	1 mV COM
2	1 V および 10 V COM
3	1 mV
4	1 V
5	Chassis GND
6	10 V

VALVE コネクタ

このコネクタは制御用リレーとストリームセレクタマルチバルブの BCD 入力を提供します。

表 6. VALVE コネクタ

ピン	機能	最大定格
1	Relay	48 V AC/DC、250 mA
2	Relay	48 V AC/DC、250 mA
3	LS digit 0	
4	LS digit 1	
5	LS digit 2	
6	LS digit 3	
7	MS digit 0	
8	GND	
Shield	Chassis GND	

REMOTE コネクタ

このコネクタは Agilent APG リモートスタートとストップ機能を供給します。

表 7. REMOTE コネクタ

ピン	機能	ロジック
1	Digital ground	
2	Prepare	LOW true
3	Start	LOW true（入力）
4	Start relay	
5	Start relay	
6	接続されていない	
7	Ready	HIGH true（出力）
8	Stop	LOW true
9	接続されていない	

LAN カード

GC に内蔵される LAN カードは業界標準に準拠し、Cerity Chemical/ ケミステーション製品、および LAN インタフェースと適切なソフトウェアを装備したその他の外部コンピュータとの通信を可能にします。Cerity Chemical またはケミステーションを使用している場合、IP アドレスの設定方法は、GC に装着した LAN カードの種類によって異なります。詳細については、245 ページの「IP アドレスの設定」を参照してください。

データ転送速度

ケミステーション /Cerity Chemical へのデジタル出力は、0.1 Hz ～ 200 Hz の範囲で 11 ステップのスピードを使用でき、0.001 ～ 2 分の幅を持つピークを処理する能力があります。データ転送速度はケミステーション /Cerity Chemical から選択します、詳細はケミステーション Cerity Chemical のマニュアルに記述されています。

キーパッドロックアウト

ケミステーション /Cerity Chemical で GC をコントロールしている場合は、GC キーパッドからメソッドを読み込むことはできません。ケミステーション / Cerity Chemical ではまた、他のキーと機能（スクロールディスプレイに表示される情報など）も無効にします。

カラムとトラップ

このセクションでは、分析の準備として GC にカラムやトラップ類、関連するハードウェアを取り付け、コンディショニングする方法について説明します。

オーブンを開ける

1. オートインジェクタが取り付けられている場合は、インジェクタを持ち上げてマウンティングポストから外し、机の上（あるいは GC の横に取り付けられているブラケット）に置きます。
2. リッド（オーブン上蓋）のすぐ下にある両側のボタンを押してラッチを外します（図 4）。
3. リッドを持ち上げます。

リッドを閉じるには、前部の両コーナーを下に押して断熱材を圧縮し、ラッチを掛けます。

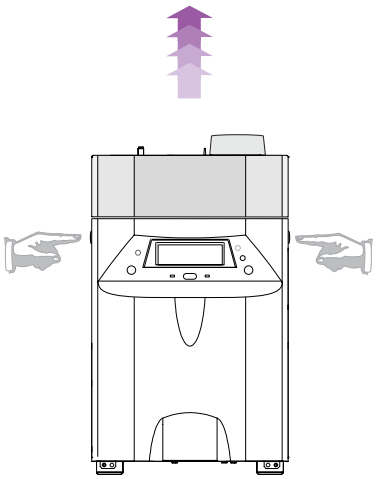


図 4.　オーブンを開ける

キャピラリカラムハンガー

Agilent キャピラリカラムは、針金枠に巻かれており、オーブンリッドの底に接続されたハンガーに掛けます（図 5）。

図 5.　キャピラリカラムハンガー

キャピラリカラムハンガーを取り外す

充填カラムを使用する場合はキャピラリカラムハンガーを取り外す必要があります。

1. カラムハンガーをオーブンの天井に取り付けている 2 本のネジを外します。そしてハンガーを取り除きます。
2. 取り外したネジは紛失しないよう、オーブンリッドに再度取り付けておきます。ハンガーは保管しておきます。

キャピラリカラム接続用のフェラル

表 8 にキャピラリカラムで使用するフェラルのいくつかをリストします。より完全なリストについては、Agilent の消耗品と補用品カタログを参照してください。

グラファイトフェラルとグラファイト入り Vespel® フェラル

カラムに合ったサイズのフェラルを選びます。接続箇所を指で締めた後にレンチで 1/4 回転締めてしっかりと密着したシールを作ります。緩いフェラルを締めるには非常に大きな力を必要とし、注入口のフィッティング、ナット、フェラルを損傷することがあります。硬質のフェラルでは、1 ランク下の穴径のフェラルでスタートし、カラムに合わせてドリルで穴を拡大するのがベストです。

Vespel フェラル

Vespel フェラルはグラファイトフェラルよりもより気密にシールすることができます。しかし、使用できる温度の上限はより低く制限されます。2 ～ 3 回オーブンの昇温サイクルを繰り返した後に締め直します。

表 8.　キャピラリカラムで使用される部品類

品名とフェラル内径	主な用途	部品番号
1/4 インチ グラファイト入り Vespel フェラル、10 個入	注入口 / 検出器のライナー / アダプタ	5080-8774
1.0 mm グラファイトフェラル、10 個入	0.75 mm および 530 µm キャピラリカラム	5080-8773
0.5 mm グラファイトフェラル、10 個入	100 µm、200 µm、250 µm、および 320 µm キャピラリカラム	5080-8853
カラムナット	注入口や検出器へカラムを接続	G2630-80720
カラムカッター	キャピラリカラムのカット	5181-8836

充填メタルカラムで使用するフェラル

表 9 に充填メタルカラムで使用するナットとフェラルのいくつかをリストします。より完全なリストについては、Agilent の消耗品と補用品カタログを参照してください。

表 9.　充填メタルカラムで使用するナットとフェラル

項目 *	主な用途	部品番号
1/4 インチ Swagelok ステンレス、20 セット（ナット、フロントフェラル、バックフェラル）	1/4 インチ	5080-8753
1/8 インチ Swagelok ステンレス、20 セット（ナット、フロントフェラル、バックフェラル）	1/8- インチ	5080-8751
1/4 インチ Swagelok 真ちゅう、各 20 セット（ナット、フロントフェラル、バックフェラル）	1/4- インチ	5080-8752
1/8 インチ Swagelok 真ちゅう、各 20 セット（ナット、フロントフェラル、バックフェラル）	1/8- インチ	5080-8750
1/4 インチ グラファイト入り Vespel フェラル、10 個入	注入口 / 検出器のライナー / アダプタ 1/4 インチ カラム	5080-8774
1/8 インチ グラファイト入り Vespel フェラル、10 個入	1/8 インチ カラム	0100-1107

* O リングとフェラルの内径

不適切なフェラルの使用は、漏れや汚染の原因になります。これらの問題を避けるヒントを以下に説明します。

グラファイトフェラルとグラファイト入り Vespel フェラル

これらのフェラルは使用する前に空焼きし、グラファイトに吸着された有機化合物を除きます。フェラルをペトリ皿に置き、GC オーブンを 250 ～ 300 ℃にして、約 30 分間空焼きします。各種のフェラルをそろえたペトリ皿を GC オーブンに置いておくと、汚染されていないフェラルがすぐに使用できます。

Vespel フェラル

これらのフェラルはグラファイトに比べてより気密なシールができますが、使用温度はより低い値に制限されます。オーブン昇温サイクル 2 ～ 3 回繰り返した後、もう一度締め直すと気密なシールが得られます。使用するカラムのサイズに適合する正しい径のフェラルを使用してください。

ガラス充填カラムで使用するフェラルと 0 リング

表 10 に充填カラムで使用するナットとフェラルをリストします。より完全なリストについては、Agilent の消耗品と補用品カタログを参照してください。

不適切なフェラルの使用は、漏れや汚染の原因になります。これら問題を避けるため、グラファイト入り Vespel フェラルは使用する前に空焼きし、グラファイトに吸着された有機化合物を除きます。フェラルをペトリ皿に置き、GC オーブンを 250 ～ 300 ℃にして、約 30 分間空焼きします。各種のフェラルをそろえたペトリ皿を GC オーブンに置いておくと、汚染されていないフェラルがすぐに使用できます。

表 10.　ガラス充填カラムで使用する消耗品

項目 *	主な用途	部品番号
1/4 インチ グラファイト入り Vespel フェラル、10 個入	注入口 / 検出器ライナー 1/4 インチガラス充填カラム	5080-8774
シリコン 0 リング、6.0 mm	1/4 インチガラス充填カラム	0905-0322

* 0 リングとフェラルの内径

キャピラリカラムのコンディショニング

コンディショニングでは、カラムにキャリアガスが流れるようにし、それから 30 分間カラムを加熱してカラムから汚染物質を追い出します。

警告

コンディショニングでは、キャリアガスに水素を使用しないでください！水素はオーブン中に放出されるので、爆発の危険があります。

1. 検出器を OFF にします。検出器サポートガスを止めます。水素を止めます！
2. 注入口に適切なライナーを取り付けて、通常のやり方でカラムを接続します。
3. 検出器にはカラムを接続しないでください。検出器フィッティングは、穴無しフェラルとカラムナットでキャップしておきます。
4. 表 11 から適切なカラム圧力を選択します。

表 11. キャピラリカラムをコンディショニングする場合の推奨ガス圧力

	推奨ガス圧力 psi（kPa）				
	カラム内径				
長さ m	0.10 mm	0.20 mm	0.25 mm	0.32 mm	0.53 mm
10	25（170）	6（40）	3.7（26）	2.3（16）	0.9（6.4）
15	39（270）	9（61）	5.6（39）	3.4（24）	1.4（9.7）
25	68（470）	15（104）	9.5（65）	5.7（40）	2.3（16）
30	83（570）	18（126）	12（80）	7（48）	2.8（19）
50		32（220）	20（135）	12（81）	4.7（32）
60		39（267）	24（164）	14（98）	5.6（39）

5. 選択した圧力を入力します。室温のままガスをカラムに 15 ～ 30 分間流し、カラムから空気を追い出します。
6. 室温から、その分析で使用する最高温度までオーブンを温度プログラムします。カラムの最高使用温度を超えないよう気を付けてください。温度を 10 ～ 15 ℃ / 分で昇温し、最高温度で 30 分間ホールドします。
7. コンディショニング済みカラムをすぐに使用しない場合は、カラムをオーブンから取り外します。空気、水分、その他の汚染物質からカラムを保護するため、両端をキャップします。

充填カラムのコンディショニング

コンディショニングでは、カラムにキャリアガスが流れるようにし、それからひと晩カラムを加熱してカラムから汚染物質を追い出します。

警告

コンディショニングでは、キャリアガスに水素を使用しないでください！水素はオーブン中に放出されるので、爆発の危険があります。

1. 検出器を OFF にします。検出器サポートガスを止めます。水素を止めます！
2. 注入口に適切なライナーを取り付けて、通常のやり方でカラムを接続します。
3. 検出器にはカラムを接続しないでください。検出器フィッティングは、穴無しフェラルとカラムナットでキャップしておきます。
4. 適切なカラム流量を入力します：
   - 内径 2 mm のガラスあるいは外径 1/8 インチの金属カラムでは、20 ～ 30 mL/min。
   - 内径 4 mm のガラスあるいは外径 1/4 インチの金属カラムでは、50 ～ 60 mL/min。
5. コンディショニングの温度は、カラムの最高使用温度を決して超えないようにしてください。通常、最高使用温度よりも 30 ℃低い温度で充分です。オーブン温度をコンディショニング温度までゆっくりと上げてゆきます。
6. 最終温度にして、コンディショニングをひと晩続けます。コンディショニング済みカラムをすぐに使用しない場合は、カラムをオーブンから取り外します。取り外したカラムは、空気、水分、その他の汚染物質からカラムを保護するため、両端をキャップします。

ケミカルトラップ類のコンディショニング

コンディショニング済みトラップはそのまま使用できます。すべてのトラップは定期的な再コンディショニング、補充、交換が必要です。通常、1 ～ 4 本のガスボンベを使用した後や、最高純度ではないガスを使用した後で行います。製造元がトラップに添付している指示書に従ってください。表 12 を参照してください。

表 12.　Agilent 製各種トラップ

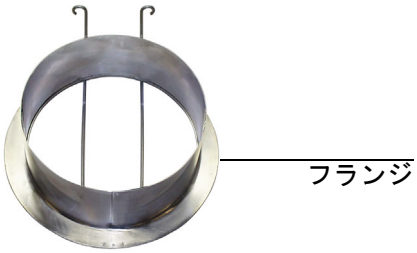
項目	部品番号
モイスチャトラップ（モレキュラーシーブ 5A 、45/60 メッシュ充填）	5060-9077
最充填可能なハイドロモイスチャトラップ 1/8 インチフィッティング	HMT200-2
詰め替え用吸着剤（1 パイント）	HCRMS
トラップ両端のキャップ、1/8 インチ、6 個	5180-4124
トラップ用レデューサーフィッティング	5062-3502

ガス浄化トラップとシステムに関するさらに詳しい一覧は、Agilent の消耗品と補用品の最新カタログを参照するか、Agilent のオンラインストア www.agilent.com/chem をご覧ください。

キャピラリカラムを取り付ける

正しく取り付けられたキャピラリカラムはラベルがよく見えるように前を向いており、注入口 と検出器で弛みが無くスムーズに接続され、オーブンやリッドに接触する余計なループがありません。

1. カラムの終端が上を向く状態で、カラムをハンガーに置きます。冷媒によるオーブン冷却を使用する場合は、必ずフランジ付きタイプのカラムハンガーを使用してください。



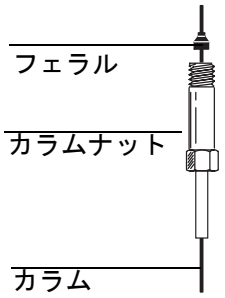
2. 以降のページで説明する手順により、カラムを検出器に接続します。必要に応じて、カラムをひと巻き解きます。
3. 検出器側でのゆるみを除くためハンガーの上で時計回りにカラムを回転させます。
4. カラムナットとフェラルを注入口の接続口に当てます。注入口側のゆるみを除くためにナットとフェラルの上にカラムの余分な長さを引っ張り上げます。
5. 余分な長さを切断し、カラムを注入口に接続します。
6. カラムが注入口と検出器の両方に接続されたら、注入口に流れるキャリアガスの流量をセットします。オーブン、注入口、検出器を使用する温度に加熱します。もう一度冷却してフィッティングを締め直します。

カラム端の切断

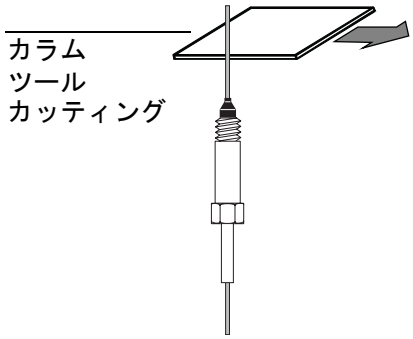
警告

ガラスまたは熔融シリカキャピラリカラムの取り扱い、切断、取り付ける作業中は、安全眼鏡を着用してください。これらのカラムの取り扱いでは、刺し傷を受けないよう注意を払ってください。

1. 適切なナットとフェラルをカラムの上に通します。

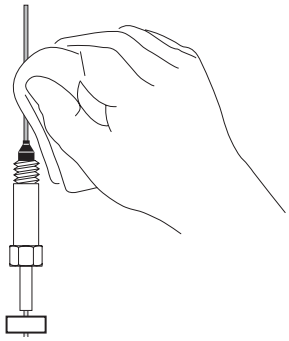


2. カラム切断ツールを使用してカラムを挽きます。きれいな切断面になるよう直角に挽いてください。



3. 切り込みを入れた反対側にカラムカッターの端を当て、カラムの端を持って、カラムを折り離します。拡大ルーペを使用してカラムの先にバリやぎざぎざのエッジがないことを点検します。

4. イソプロパノールで湿らせたティッシュを使用してカラム外壁を拭い、指紋やほこりを取り除きます。

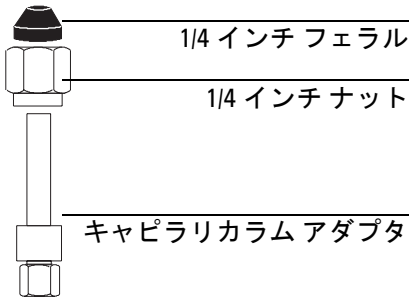


FID 検出器にカラムを取り付ける

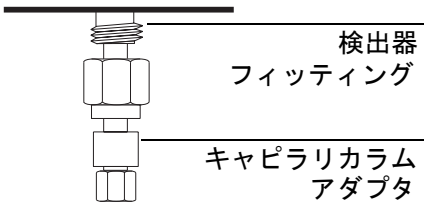
検出器にカラムを取り付ける前に、検出器に適切なキャピラリ用ジェットが取り付けられていることを確認します。

キャピラリカラムアダプタが検出器に取り付けられていない場合は、ステップ 1 から始めてください。キャピラリカラムアダプタが取り付けられている場合は、ステップ 5 から始めてください。

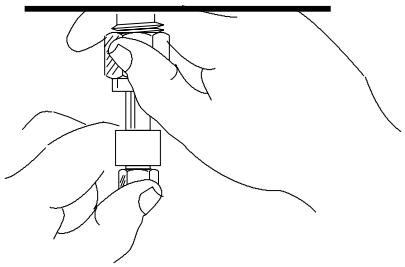
1. ライナー / アダプタの上に真ちゅうのナットとグラファイト入り Vespel フェラルを通して組み立てます。



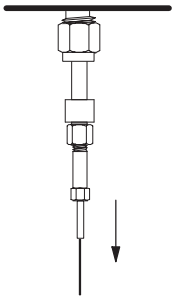
2. アダプタをまっすぐできるだけ奥まで検出器ベースに挿入します。



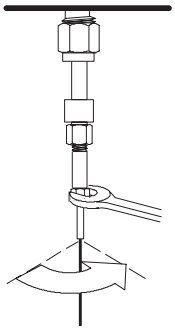
3. この位置でアダプタを保持し、手でナットを締めます。レンチを使用してもう 1/4 回転締めます。



4. カラムナットとフェラルをカラムの先端に通します。カラムの中に入ったフェラルの破片を取り除くため、カラムの先を少しだけ切り除きます。
5. カラムを検出器の底に達するまでゆっくりと挿入します。力を入れて無理に挿入しないでください。
6. 手でカラムナットを締めます。それからカラムを約 1mm 下に引き戻します。.

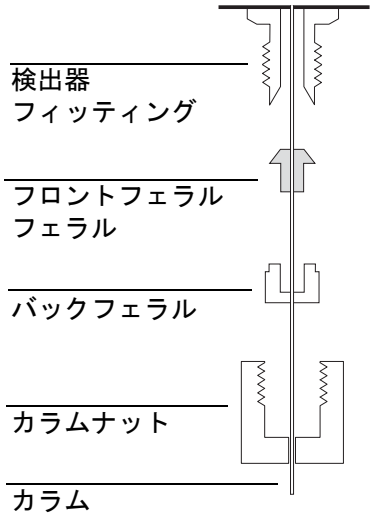


7. レンチを使用してナットをもう 1/4 回転締めます。



TCD 検出器にキャピラリカラムを取り付ける

1. 図に示すように、カラムに 1/8 インチの真ちゅうナットとフェラルを通して組み立てます。



   適切なフェラルについては表 13 を参照してください。カラムの中に入ったフェラルの破片を取り除くため、カラムの先を少しだけ切り除きます。
2. カラムを検出器の底に達するまでゆっくりと挿入します。力を入れて無理に挿入しないでください。
3. カラムナットとフェラルをカラムの上に滑らせて検出器まで達し、手でナットを締めます。
4. 次にカラムを約 1mm 下に引き戻します。レンチを使用してナットをもう 1/4 回転締めます。カラムが動かないことを確認します。

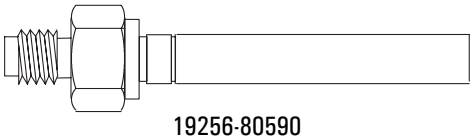
表 13. TCD 検出器で使用するフェラル

カラム外径	バックフェラル	フロントフェラル
0.8 mm	G1530-80400	G1530-80410
0.53 mm	G1530-80400	G1530-80420
0.45 mm	G1530-80400	G1530-80430
無穴フェラル	G1530-80400	G1530-80440

FPD 検出器にキャピラリカラムを取り付ける

FPD では、充填カラムとキャピラリカラムの両方に対応するフィッティングが使われています。フィッティングにキャピラリアダプタが取り付けられていない場合は、ステップ 1 から始めます。フィッティングにキャピラリアダプがすでに取り付けられている場合は、5 から始めます。

FPD では、キャピラリカラム用に特殊なアダプタを使用します。部品番号 19256-80570 の FPD キャピラリアダプタを使用する、最大で内径 530 µm までの熔融シリカカラムを炎の基底部まで届くようにできるため、サンプルのテーリングや化学的な活性部位の損失を最小限に抑えることができます。



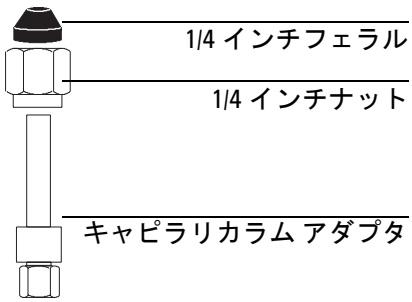
19256-80590
FPD 1/8 インチアダプタ

19256-80570
FPD キャピラリアダプタ

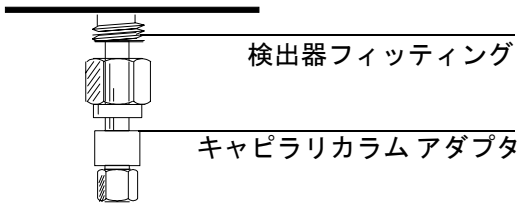
必要な器具

カラムナットとフェラル
FPD キャピラリカラム アダプタ
1/4 インチナットとフェラル
カラムカッター
1/4 インチレンチ
9/16 インチレンチ
計測定規
タイプライター修正液

1. 真ちゅうナットとグラファイト入り Vespel フェラルをアダプタに通します。



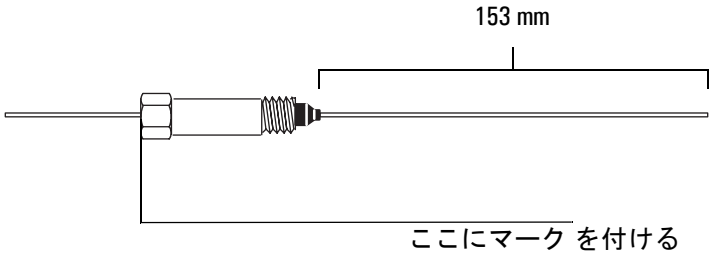
2. アダプタをまっすぐできるだけ奥まで検出器ベースに挿入します。この位置でアダプタを保持し、手でナットを締めます。レンチを使用してナットをもう 1/4 回転締めます。



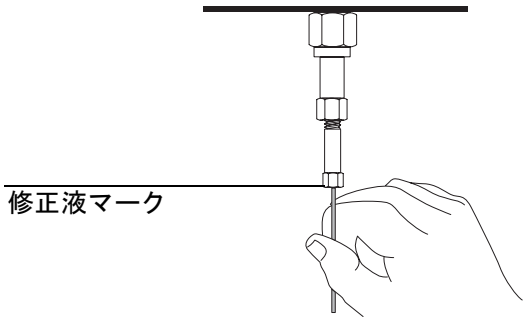
3. カラムナット（部品番号 18740-20870）とグラファイトフェラル（部品番号 5080-8773 の内径 1.0 mm のものか、部品番号 5080-8853 の内径 0.5 mm のもの）をカラムに取り付けます。
4. ナットとフェラルと取り付けたら、カラムをわずかに切断し、カラム端を新しくしておきます。手順については、28 ページを参照してください。
5. フェラルをカラムの端から 153 mm の位置に固定します。

   最適な高さは、サンプルの種類とガスの流量で決まります。高すぎると、カラム端が炎に触れてしまいます。逆に低すぎると、サンプルがステンレス鋼に触れ、わずかにテーリングが発生することがあります。

   カラムのナットの底の位置にマークを付けます。マーク付けにはタイプライターの修正液が向いています。



6. カラムを検出器に挿入します。カラム上でナットとフェラルを滑らせ、検出器ベースのところまで持って行きます。カラムが固定するまで、カラムナットを指で締めます。
7. カラムに付けた修正液マークがカラムナットの底と同じ高さになるよう、カラム位置を調整します。



8. カラムナットを手で締め、カラムを約 1 mm 下に引き戻し、レンチを使用してさらに 1/4 回転締めます。
9. カラムが注入口と検出器の両方に接続されたら、注入口に流れるキャリアガスの流量をセットします。オーブン、注入口、検出器を使用する温度に加熱します。もう一度冷却してフィッティングを締め直します。

キャピラリカラムを μECD に取り付ける

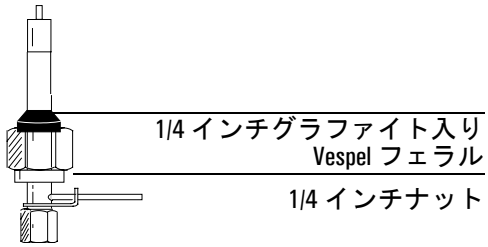
検出器はキャピラリカラムアダプタが取り付けられた状態で出荷されています。取り外した場合には、キャピラリカラムを取り付ける前に、元に戻す必要があります。

μECD では、一方の端が切り落とされた透明で刻み目がついたライナーが必要です。

必要な器具

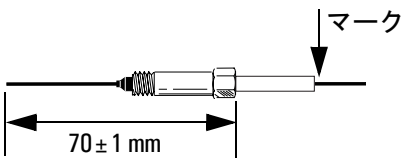
キャピラリカラムアダプタ
熔融シリカライナー（刻み目つき）
1/4 インチナットと 1/4 インチグラファイト入り Vespel フェラル
カラムナットとフェラル
カラムカッター
1/4 インチレンチと 9/16 インチレンチ

1. 1/4 インチナットとグラファイト入り Vespel フェラルをアダプタに取り付けます。

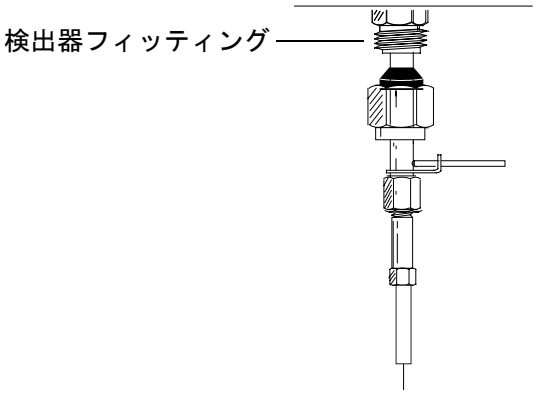


2. カラムを用意します。手順については、27 ページの「キャピラリカラムを取り付ける」を参照してください。
3. **カラムの内径が 200 μm 以上ある場合**には、刻み目のところで止まるまでカラムをアダプタに押し込みます。1 ～ 2mm 引き戻し、カラムナットをしっかり締めます。

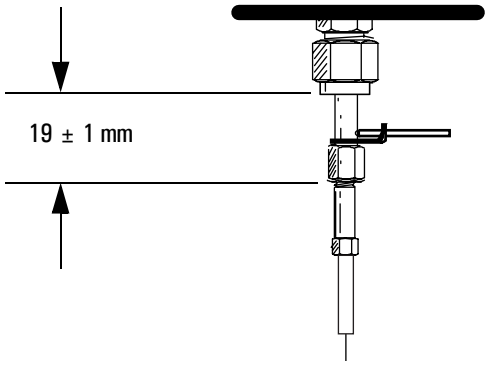
   内径が 200 μm より細い場合には、セプタムつきのカラムの端から 70±1 mm の位置にマークします。カラムとナットをセプタムつきのアダプタにカラムナットの後ろから挿入し、カラムナットをしっかりと締めます。



4. アダプタを検出器フィッティングにゆっくりとまっすぐに取り付けます。アダプタが検出器のフィッティングまでしっかりと取り付けられていることを確認します。必要なら軽くゆすってみます。ただし、カラム端を壊さないように注意してください。



アダプタが正しく取り付けられている場合には、1/4 インチナットからアダプタの底までの距離は 19 ± 1 mm になります。22 ～ 23 mm になっている場合には、アダプタを検出器フィッティングに取り付け直します。



5. ナットとフェラルを検出器フィッティングまで滑らせ、手でナットを締めます。9/16 インチレンチを使用してナットをもう 1/4 回転締めます。

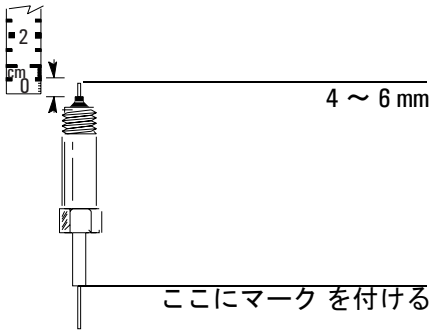
注意 オーブンの最大温度をカラムの限界値以下に設定し、誤ってカラムが過熱されないようにします。

6. カラムが注入口と検出器の両方に接続されたら、注入口に流れるキャリアガスの流量をセットします。オーブン、注入口、検出器を使用する温度に加熱します。冷却した後、もう一度フィッティングを締め直します。

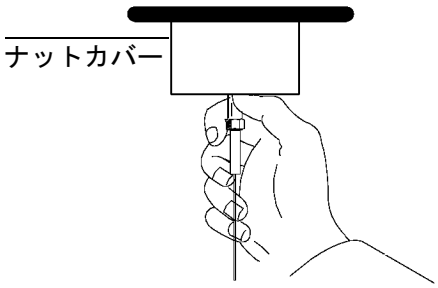
スプリット / スプリットレス注入口にカラムを取り付ける

注入口にカラムを取り付ける前に、適正なガラスライナーが注入口に取り付けられていることを確認します。

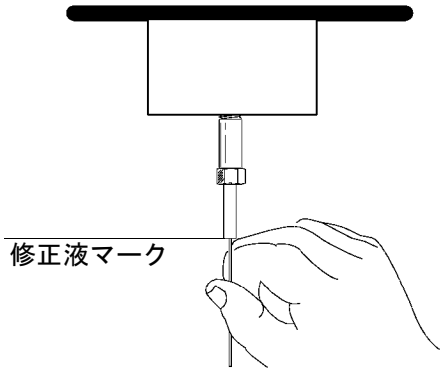
1. カラムナットとフェラルをカラムの先端に通します。カラムの中に入ったフェラルの破片を取り除くため、カラムの先を少しだけ切り除きます。
2. フェラルの先からカラムが 4 ～ 6 mm 突き出すように位置決めします。タイプライター修正液か他のマーカーを使用して、カラムナット底部でカラムに位置マークを付けます。



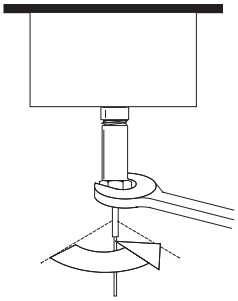
3. カラムを注入口に挿入して、ナットとフェラルを注入口ベースまで達します。カラムが固定されるまでカラムナットを手で締めます。



4. カラムに付けた位置マークがカラムナットの底と同じになるよう、カラム位置を調整します。



5. カラムナットを手で締めて、更にレンチを使用して 1/4 ～ 1/2 回転締めます。軽く引っ張ってもカラムが動かないことを確認します。



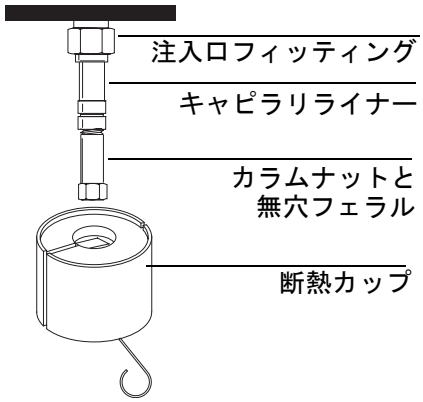
1/4 回転

パージ付き充填カラム注入口にカラムを取り付ける

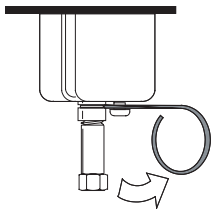
ガスサンプリングバルブを接続した充填カラム注入口にキャピラリ PLOT カラムを接続することはお勧めできません。カラムは注入口を経由しないでバルブに直接接続すべきです。

注入口にカラムを取り付ける前に、キャピラリライナーとガラスインサートが取り付けられていることを確認します。137 ページの「ライナーの取り付け」および 138 ページの「ガラスインサートを取り付ける」を参照してください。断熱カップを取り付けていない場合にはステップ 1 から始めます。
取り付けてある場合にはステップ 4 から始めます。

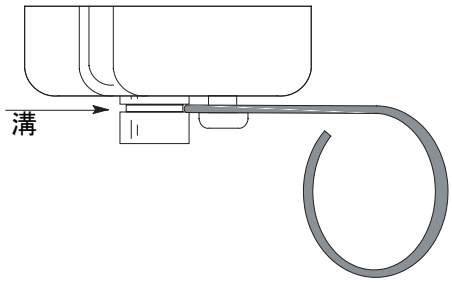
1. 注入口フィッティングに、めくら栓（無穴フェラル）を取り付けておきます。



2. 必要に応じて、断熱カップを取り付けます。カップスプリングを右に押さえます。カップを注入口フィッティングにスライドさせ、カップ上端の断熱材がオーブン天井面に重なるようにします。

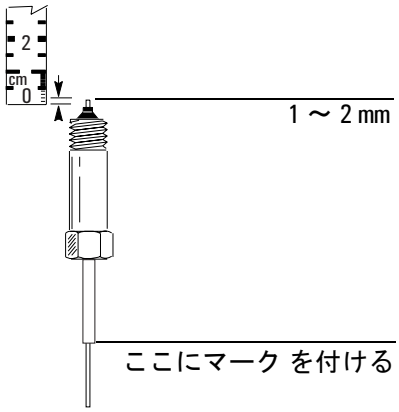


3. スプリングを注入口ライナーの溝に合わせます。カラムナットと無穴フェラルを取り外して脇に置きます。

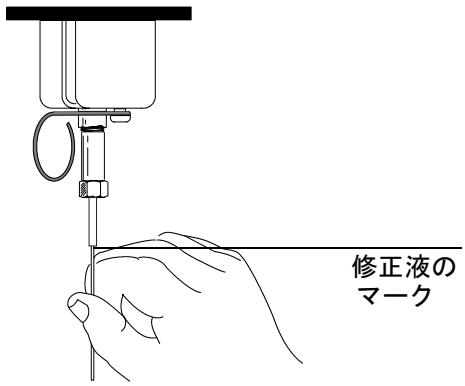


4. カラムナットとフェラルをカラムの先端に通します。カラムの中に入ったフェラルの破片を取り除くため、カラムの先を少しだけ切り除きます。

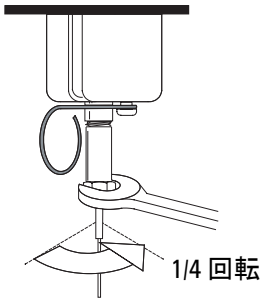
5. フェラルの先からカラムが 1 ～ 2 mm 突き出すように位置決めします。タイプライター修正液か他のマーカーを使用して、カラムナット底部でカラムに位置マークを付けます。



6. カラムを 1 cm 押し上げて、注入口ライナーへガイドします。カラム上でナットとフェラルを滑らせ、注入口ライナーに取り付けます。カラムに付けた修正液マークがカラムナットの底と同じ高さになるよう、カラム位置を調整します。カラムが固定するまで、カラムナットを指で締めます。



7. さらに 1/4 ～ 1/2 回転、カラムナットを締め、軽く引っ張ってもカラムが動かなくなるようにします。



8. カラムが注入口と検出器の両方に接続されたら、注入口に流れるキャリアガスの流量をセットします。オーブン、注入口、検出器を使用する温度に加熱します。これらを冷却して、もう一度フィッティングを締め直します。

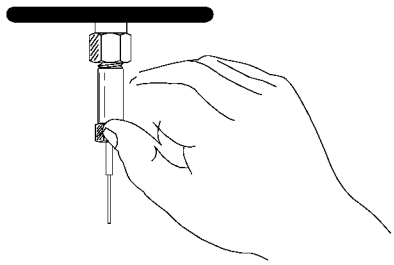
Cool On-Column 注入口にカラムを取り付ける

カラムを取り付ける前に、取り付けるカラムや注入のタイプに対して正しい部品が取り付けられていることを確認します。詳細については、166 ページの「Cool On-Column 注入口のメンテナンス」を参照してください。

必要な器具

カラムナットとフェラル
カラムカッター
1/4 インチレンチ

1. カラムを用意します。手順については、27 ページを参照してください。
2. 注入口の奥まで、ゆっくりとカラムを挿入します。カラムナットを注入口のフィッティングに挿入し、手で締めます。



3. レンチを使用して、さらに 1/4 回転またはカラムが動かなくなるまで締めます。
4. 250 µm または 320 µm のカラムを使った自動注入システムを使用している場合には、シリンジを注入口の中に手で押して、取り付けを確認します。

5. カラムが注入口と検出器の両方に接続されたら、注入口に流れるキャリアガスの流量をセットします。オーブン、注入口、検出器を使用する温度に加熱します。冷却した後、もう一度フィッティングを締め直します。

PTV 注入口にカラムを取り付ける

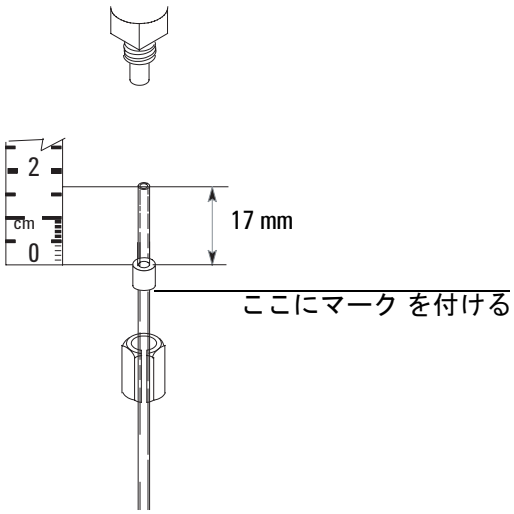
1. SERVICE メソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。それから以下も確認します：
   - 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
   - 検出器が ON になっている場合は、OFF にします。
2. 適切なカラムアダプタを取り付けます。150 ページの「注入口アダプタ」を参照してください。
3. 適切な GRAPHPACK™-2M フェラルを選択します。これらのフェラルは、カラムの外径程度の大きさです。

表 14. カラムとフェラル

カラム内径	GRAPHPACK フェラルの穴の内径	数量	部品番号
200 µm	0.31 mm	10	5182-9756
250 µm	0.40 mm	10	5182-9768
320 µm	0.45 mm	10	5182-9769
530 µm	0.70 mm	10	5182-9770

4. 適切な GRAPHPACK フェラルをカラム注入口に取り付け、端から最低 30 mm 引き出します。
5. ガラスナイフか熔融シリカカッターを使用して、カラム端から約 10 mm を切り取り、グラファイトの付着を取り除きます。

6. フェラルをカラム端から 17 mm の位置に当てます。フェラル端の後ろに小さなマークをつけ（タイプライターの修正液が便利です)、カラムが正しい位置にあることを確認して、カラム端をアダプタに挿入します。



7. 手でカラムナットを締めます。5 mm レンチを使用して、カラムナットを 1/8 ～ 1/4 回転だけ締めます。きつく締めすぎないように注意してください。
8. 接続部に漏れがないか確認してください。カラムアダプタに漏れがある場合には、オープンエンド型のレンチで少しだけ締めます。

金属充填カラムを取り付ける

通常使用する充填金属カラムには、2 種類のサイズ、1/4 インチと 1/8 インチがあります。ここで説明する一般的な手順はどちらのカラムサイズでも共通に当てはまります。

1. 充填カラムにフェラルを取り付けます（44 ページの「金属カラムにフェラルを取り付ける」を参照)。
2. キャピラリカラムハンガーが取り付けられている場合には、取り外します（22 ページの「キャピラリカラムハンガーを取り外す」を参照してください)。
3. 使用するフィッティングについては表 9 を参照してください。必要に応じて、フィッティングを取り付けます。

4. 必要に応じて、アダプタを取り付けます。表 15 を参照してください。

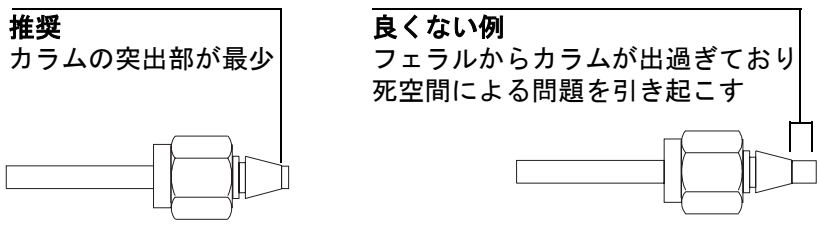
表 15. 1/4 インチと 1/8 インチの金属充填カラムで使用するフィッティング

注入口または検出器	1/4 インチ金属充填カラム		1/8 インチ金属充填カラム	
	取り付ける場所	**説明**	**取り付ける場所**	**説明**
パージ付き注入口	1/4 インチライナー	137 ページの「ライナーの取り付け」を参照してください。	1/8 インチライナー	137 ページの「ライナーの取り付け」を参照してください。
FID	1/4 インチアダプタ（部品番号 19231-80530）	希望によりアダプタを取り付けるか取り外す。	1/8 インチアダプタ（部品番号 19231-80520）	47 ページの「アダプタを検出器フィッティングに取り付ける」を参照してください。
TCD	1/4 インチアダプタ（部品番号 G1532-20710）	47 ページの「アダプタを検出器フィッティングに取り付ける」を参照してください。	検出器フィッティング	必要に応じてアダプタを取り外す。

5. カラムを取り付けます（48 ページの「金属充填カラムを取り付ける」を参照してください）。
6. 注入口に所定のキャリアガス流量を流します。オーブン、注入口、検出器を使用する温度に加熱します。冷却した後、もう一度フィッティングを締め直します。
7. 必要に応じて、カラムをコンディショニングします（26 ページの「充填カラムのコンディショニング」を参照してください）。

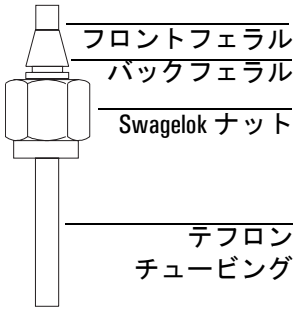
金属カラムにフェラルを取り付ける

金属充填カラムを GC に装着する前に、カラム端面がフェラルの端面とほぼ同じになるようにフェラルをカラムの終端にかしめます。これにより取り付け部分での死空間によって引き起こされる問題を防止できます。



以下の手順に従って、1/8 インチまたは 1/4 インチの金属カラムに、新しい Swagelok® ナットとフェラルを取り付けます。

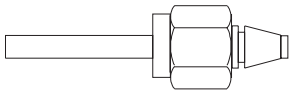
1. カラムに新しい Swagelok ナットとフェラルを通します。



2. 必要な場合は、取り付けるカラムのサイズに応じたテフロンスペーサーを作っておきます（45 ページの「テフロンチュービングからスペーサーを作る」を参照してください）。
3. オスのフィッティングにテフロンチュービングスペーサーを取り付けます。このフィッティングを万力に固定し、ナットとフェラルを取り付けたカラムをこのフィッティングにいっぱい奥まで挿入します。ナットを手で締めます。

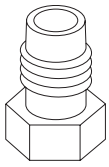
   レンチを使用して、1/4 インチのカラムでは 5/4 回転、1/8 インチのカラムでは 3/4 回転、さらにナットを追い締めします。

   万力に固定されたフィッティングから、ナットを緩めてカラムを外します。これでフェラルはカラムの正しい位置に固定されているはずです。.



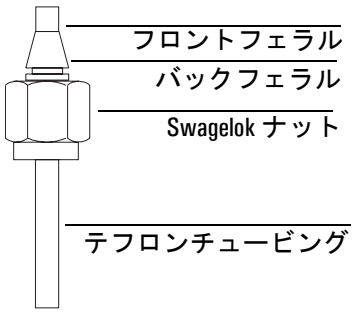
テフロンチュービングからスペーサーを作る

1. 万力に新しいオスの Swagelok フィッティングを固定します。

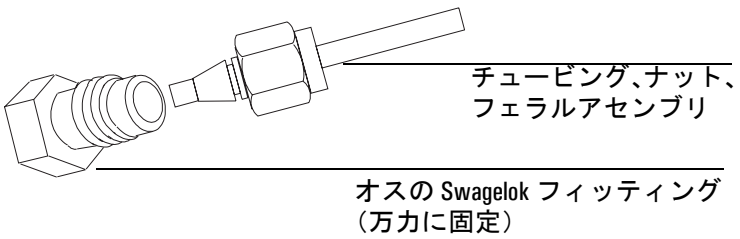


オスの Swagelok フィッティング

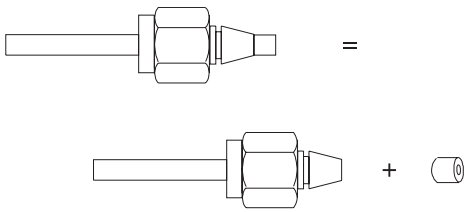
2. 1/8 インチまたは 1/4 インチのテフロンチューブビング（取り付けるカラムに一致する外径のチューブを選択）の切れ端に、Swagelok ナット、バックフェラル、フロントフェラルを通します。チューブビングの先端が直角にカットされていない場合は、剃刀か鋭利なナイフを使い、直角で平らな端面にします。



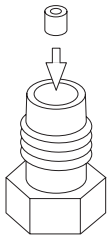
3. テフロンチューブビングと 1/4 インチまたは 1/8 インチのフェラルとナットを、万力に固定されたオスの Swagelok フィッティングに奥まで挿入します。ナットを手で締めた後、レンチで 3/4 回転締めて、フェラルをチューブビングに固定します。



4. ナットを緩めて、チューブビングをオスの Swagelok フィッティングから外します。
5. 剃刀か鋭利なナイフを使用して、チューブビングのフェラルの外に突出している部分を切り離します。このチューブビングのピースがスペーサーになります。



6. 万力に固定されたオスの Swagelok フィッティングにこのスペーサーを挿入します。

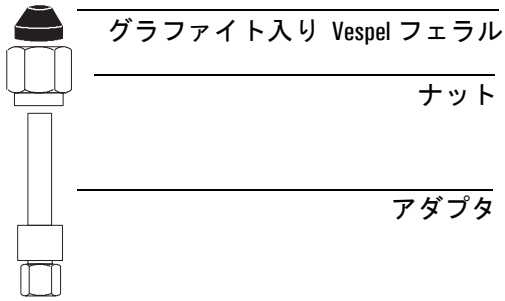


7. このスペーサーを入れたオスの Swagelok フィッティングは、カラムに新しいフェラルを取り付けるときいつでも使用できるよう、常に手元に用意しておきます。

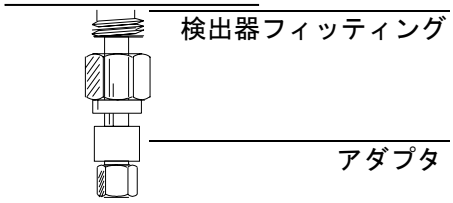
アダプタを検出器フィッティングに取り付ける

以下の説明は、検出器フィッティングに各種のアダプタを取り付ける一般的な手順です。各種アダプタの部品番号については、表 15 を参照してください。

1. 真ちゅうナットとグラファイト入り Vespel フェラルをアダプタに通します。



2. アダプタをまっすぐできるだけ奥まで検出器ベースに挿入します。この位置でアダプタを保持し、手でナットを締めます。
   - 1/4 インチ カラム : 9/16 インチのレンチを使い、さらに 3/4 回転締めます。
   - 1/8 インチ カラム : 7/16 インチのレンチを使い、さらに 1/4 回転締めます。



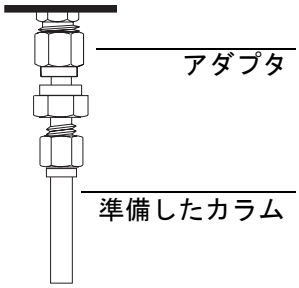
3. カラムを取り付けます 48 ページの「金属充填カラムを取り付ける」を参照

してください。

金属充填カラムを取り付ける

必要な場合は、この手順を実施する前に、アダプタかライナーが取り付けられていること（44 ページの表 15 を参照）、そしてカラムにフェラルが取り付けられていること（44 ページの「金属カラムにフェラルを取り付ける」を参照）を確認します。

1. カラムをアダプタ、検出器、注入口ライナーに奥まで挿入します。ナットを手で締めます。



2. 検出器フィッティングに直接カラムを取り付ける場合は：
   - 1/4 インチ カラム : 9/16 インチのレンチを使い、さらに 3/4 回転締めます。
   - 1/8 インチ カラム : 7/16 インチのレンチを使い、さらに 1/4 回転締めます。
3. アダプタにカラムを取り付ける場合は：

   2 本のレンチを対向して、カラムナットを締めます。一方をカラムナットに、他方をライナーまたはアダプタボディに使用します。これにより、カラムナットを締めるとき、ライナーやアダプタが空転するのを防止できます。
   - 1/4 インチ カラム : 9/16 インチのレンチを使い、さらに 3/4 回転締めます。
   - 1/8 インチ カラム : 7/16 インチのレンチを使い、さらに 1/4 回転締めます。
4. 注入口に所定のキャリアガス流量を流します。オーブン、注入口、検出器を使用する温度に加熱します。冷却した後、もう一度フィッティングを締め直します。
5. 必要に応じて、カラムをコンディショニングします（26 ページの「充填カラムのコンディショニング」を参照してください）。

ガラス充填カラムを取り付ける

ガラス充填カラムは注入口と検出器の両方に同時に取り付ける必要があります。

ガラス充填カラムは、パージ付き充填カラム注入口と FID 検出器に直接取り付けることができます。TCD 検出器に取り付けるにはアダプタが必要です。

3 種類の形状のガラス充填カラムが想定されます。使用する注入口フィッティングと検出器にそのカラムが取り付けられることを確認してください。表 16 に、注入口および検出器フィッティングで必要とされる事項と、該当するカラムコンフィグレーションをまとめます。

カラム取り付けの一般的な手順は：

1. キャピラリカラムハンガーが取り付けられている場合には、取り外します（22 ページの「キャピラリカラムハンガーを取り外す」を参照してください）。
2. 表 16 を参照して、必要なフィッティングとカラムコンフィグレーションに関する情報を見ます。
3. 必要に応じて、アダプタを取り付けるか、あるい取り外します（47 ページの「アダプタを検出器フィッティングに取り付ける」を参照してください）。
4. ガラスカラムを取り付けます（50 ページの「ガラス充填カラムを取り付ける」を参照してください）。
5. 必要なに応じて、カラムをコンディショニングします（26 ページの「充填カラムのコンディショニング」を参照してください）。

表 16. ガラス充填カラム取り付けに必要なフィッティング

注入口または検出器	取り付ける場所	説明
パージ付き充填注入口	注入口フィッティング（ライナー装着なし）、あるいは 1/4 インチライナー。137 ページの「ライナーの取り付け」を参照してください。	挿入されたシリンジニードルがグラスウールプラグやカラム充填剤と接触しないよう、カラム上端を少なくとも 50 mm 空にしておく。
FID（適応型）	検出器フィッティング	アダプタが取り付けられている場合は取り外す。 ジェットの管底がグラスウールプラグやカラム充填剤と接触しないよう、カラム上端を少なくとも 40 mm 空にしておく。

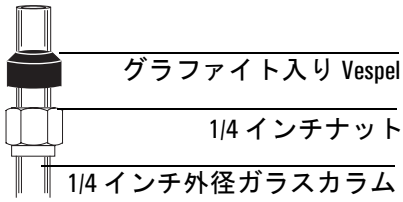
注入口または検出器	取り付ける場所	説明
TCD	1/4 インチアダプタ（部品番号 G1532-20710）	47 ページの「アダプタを検出器フィッティングに取り付ける」を参照してください。

ガラス充填カラムを取り付ける

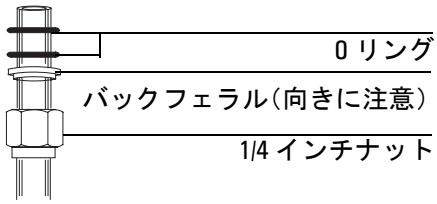
1. カラム両端のそれぞれに真ちゅうナットとグラファイト入り Vespel フェラルを取り付けます。

   別の方法：カラム両端のそれぞれに、1/4 インチナット、バックフェラル、2 つの O リングを取り付けます。ナットの下にもうひとつ O リングを付けておくと、ナットがカラムのコイル部分まで落下するのを防止できます。

推奨



別の方法



2. 注入口にカラムを奥にいっぱいまで挿入します。同様に検出器フィッティングにも挿入します、ただし無理に挿入しないでください。注入口にカラムの長い端を入れ始める際には、カラムを斜めにする必要があるかもしれません。
3. 注入口と検出器の両方で、カラムを 1 ～ 2 mm 引き降ろします。両方のカラムナットを、手で締めます。

注意

カラムナットを締め過ぎたり、注入口や検出器のどちらでも奥にいっぱいまで押し込むとカラムを破損するおそれがあります。

4. レンチを使用して、両方のカラムナットを 1/4 回転締めます。グラファイト入り Vespel フェラルを使用している場合は、ステップ 5 に進みます。O リングを使用している場合は、ステップ 6 に進みます。
5. カラムに流す流量をセットし、注入口、検出器、オーブンを操作温度まで上げます。それからオーブンを室温まで冷却します。
6. レンチを使用して、さらに 1/2 回転ナットを締めます。漏れを止める必要があればもっと締めます。
7. 必要に応じて、カラムをコンディショニングします（26 ページの「充填カラムのコンディショニング」を参照してください）。

日常の操作

GC をスタートするには

1. オーブンリッドを開いて、適正なカラムが取り付けられていることを確認します。
2. キャリアガスと検出器ガスの供給源を開きます
3. 冷媒冷却を使用する場合は、冷媒の供給源を開きます。
4. しばらくオーブンを使用していない場合は、カラムフィッティングに漏れがあるかもしれません。フィッティングの漏れをチェックして、必要ならその部分を締めます。オーブンを閉じます。
5. GC 電源スイッチを ON にします。初期化が終わるのを待ちます。
6. 使用するメソッドを読み込みます。GC がレディになるまで待ちます。
7. 温度プログラミングを使用して微量成分の分析をする場合は、ブランクラン（サンプルを注入しない）を実行し、カラムに蓄積したキャリアガスからの物質を追い出します。
8. 分析を開始します。

サンプルを分析するには

希望するメソッドを読み込みます

マニュアルによるシリンジ注入

1. "Ready for manual inj" メッセージが表示されたら、シリンジニードルをセプタムに通し、下までいっぱいに挿入します、プランジャを素早く押し下げ、`Start` を押して、すぐにシリンジを引き抜きます。
2. Not Ready ライトが点灯したままの場合は、GC ディスプレイでメッセージを調べます。`Prep Run` キーを押す必要があるかもしれません。その場合はメッセージにその旨が表示されます。キーを押し、Not Ready ライトが消えるのを待って、それからサンプルを注入して `Start` を押します。

シーケンスでないオートインジェクタ注入

1. サンプルバイアルにサンプルを入れます。サンプルバイアルをインジェクタタレットのポジション 1 に置きます。この時点で Not Ready ライトが点灯しているかもしれません。GC がレディの状態になると、"Ready for autoinject" メッセージが表示されます。しかしこれを待つ必要はありません。

2. Start を押します。GC がレディになったとき、インジェクタは注入サイクルを開始します。ポジション 1 にあるバイアルから注入をおこない、注入した時点で Start の内部コマンドを発行します。

シーケンスでのオートインジェクタ

1. 複数のサンプルを入れた複数のサンプルバイアルを準備します。一連のバイアルをインジェクタタレットの連続したポジションに置きます。この時点で Not Ready ライトが点灯しているかもしれません。GC がレディの状態になると、"Ready for sequence" メッセージが表示されます。しかしこれを待つ必要はありません。
2. インジェクタシーケンスを準備します。手順の詳細はコントロールモジュールあるいはケミステーション /Cerity Chemical のマニュアルを参照してください。
3. Start を押します。GC がレディになったとき、インジェクタはシーケンスによって指定されるとおりに一連の分析を実行します。

シーケンス中のサンプルの数を変更することもできます。たとえば、シーケンスが 10 のサンプルを実行するようにセットアップされていて、8 つのサンプルの実行だけが必要である場合があります。GC パネルからシーケンスの中の Last Vial パラメータを変更するには、以下の手順を実行します。

1. Load キーを押します。Last Vial の値が表示されます。
2. スクロールキー（▲および ▼）を使用してこの値を変更します。
3. Load キーを押します。

シーケンスでのサンプルバルブ

1. インジェクタシーケンスを準備します。手順の詳細はコントロールモジュールあるいはケミステーション /Cerity Chemical のマニュアルを参照してください。
2. 分析と分析の間サンプルバルブは Load の状態になっています。この期間は Not Ready ライトが点灯しているかもしれません。サンプルストリームをバルブに接続して連続的にループをフラッシングするか、ガスシリンジを使用してループをフラッシングします。
3. "Ready for sequence" メッセージが表示されたら、Start を押します。バルブは Inject の状態に変わり、そして Inject min が経過した後、Load の状態に復帰します。

ランテーブルを持つサンプルバルブ

1. 分析を開始したすぐ後（0.01 分）にバルブを ON にするランテーブルエントリを作成します。サンプルがループからカラムに掃引されるに十分な時間が経過した後バルブを OFF にする 2 番目のエントリを追加します。

2. サンプルストリームをバルブに接続して連続的にループをフラッシングするか、ガスシリンジを使用してループをフラッシングします。
3. Start を押します。

サンプルバルブとシーケンスを持つマルチバルブ

1. 分析と分析の間サンプルバルブは Load の状態になっています。この期間は Not Ready ライトが点灯しています。複数のサンプルストリームをマルチバルブに接続します。
2. バルブシーケンスを準備します。手順の詳細はコントロールモジュールあるいはケミステーション /Cerity Chemical のマニュアルを参照してください。
3. GC がレディの状態になると、"Ready for sequence" メッセージが表示されます。しかしこれを待つ必要はありません。Start を押します。マルチバルブはシーケンスによって指定されるポジションの範囲でステップを切り換え、サンプルバルブはそれぞれのストリームを GC に注入します。

GC をシャットダウンするには

短い期間の場合（週末を含む）

1. 現在分析中であればその分析が終わるのを待ちます。
2. アクティブメソッドが読み込まれたときから修正されていれば、その名前の横に ＋ 符号がついています。これらの変更を保存するには、コントロールモジュールあるいはケミステーション /Cerity Chemical を使用します。
3. メインの電源スイッチは ON のままにしておきます。こうしておけば加熱ゾーンは設定値のままに保たれており、必要なときに GC をすぐ使用できます。
4. キャリアガス以外のすべてのガスをその供給源で止めます。キャリアガスをそのまま流すことにより外気からのカラムの汚染を防止できます。
5. 冷媒冷却を使用する場合は、冷却冷媒を OFF にしてかまいません。
6. このときはセプタムを交換する絶好のタイミングです（122 ページの「セプタムの交換」を参照）。

長い期間の場合

1. 上記のすべてのステップを実施します。
2. ガス供給源のキャリアガスを OFF にします。
3. メインの電源スイッチを OFF にします。
4. オーブンが冷却されるまで待ちます。
5. カラムをオーブンから取り外します。汚染されないよう両端にキャップを取り付けます。

性能のベリフィケーション

このセクションには、標準操作手順（SOP）とテスト試料クロマトグラムの典型例が含まれています。

リストされている試料注入量は、必ずしも注入された絶対容量を示していないことに留意してください。注入量は、標準の 10 µL シリンジで読み取られた目盛（プランジャの位置）を書いてあります。加熱された注入口では、実際に注入される試料容積は更に 0.4 ～ 0.7 µL（シリンジニードルの中で気化した試料の容積）の追加分が含まれます。

以下に説明する操作手順とその結果は、注入口および検出器がシステムで適正に機能している証明を提供することを意図したものである点に注意してください。

必要なソフトウェア

このセクションに書かれている手続きを遂行するにはケミステーションが必要です。この手続きはマニュアルでシリンジ注入する方法が書かれています。

Cerity Chemical を使用する場合には、指定されたメソッドを読み込み、チェックアウト試料を分析することにより、各検出器に対してケミカルチェックアウトを実施することができます。Cerity Chemical でノイズテストを実施することはできません。

お使いのバージョンのデータシステムでコンポーネントがまだサポートされていない場合には、コントロールモジュールモジュールを使用して適切なケミカルチェックアウトの設定を入力することができます。

TCD 検出器のチェックアウト

テストの範囲

この手順は、スプリット / スプリットレスキャピラリカラム注入口またはパージ付き充填カラム注入口で、TCD 検出器が適正に操作されることを確証するために使用します。

必要なパーツと装置

すべての注入口タイプ

6850 評価カラム、30 m × 0.320 mm × 0.25 µm HP-1、パーツ番号 19091Z-413E

FID/TCD 性能評価（チェックアウト）試料、パーツ番号 18710-60170

ヘリウムガス（クロマトグラフグレード、キャリア / メークアップ / リファレンスガスとして）

スプリット / スプリットレス注入口およびパージ付き充填注入口

10 µL シリンジ、パーツ番号 9301-0810 または相当品

O リング、パーツ番号 5180-4182（スプリット / スプリットレス）または 5080-8898（パージ付き充填カラム）

セプタム、パーツ番号 5181-1263

Cool On-Column 注入口

セプタムナットを使用 :

ニードル、パーツ番号 5182-0831、マニュアルシリンジ用

セプタムナット、パーツ番号 19245-80521

ダックビルセプタムを使用

ニードル、熔融シリカ、パーツ番号 19091-63000

シリンジ、熔融シリカニードル用、パーツ番号 9301-0658

セプタム、パーツ番号 19245-40050

PTV 注入口

10 µL シリンジ、パーツ番号 9301-0810 または相当品

注入口アダプタ、GRAPHPACK-2M、パーツ番号 5182-9761

銀シール、GRAPHPACK-2M 用、パーツ番号 5182-9763

ガラスライナー、マルチバフル、パーツ番号 5183-2037

テフロンフェラル、パーツ番号 5182-9748（セプタムレスヘッド）

マイクロシール交換部品、パーツ番号 5182-3444（取り付けられている場合）

GRAPHPACK 3D フェラル、パーツ番号 5182-9749

GC のセットアップ

警告 これまで操作していた装置は加熱部分が高温になっており、火傷のおそれがあります。加熱部分とオーブンのスイッチを切り、十分な時間待って装置を冷却してください。

1. スプリット / スプリットレス注入口を使用する場合は、注入口に新しいセプタム、新しいスプリットライナー、新しい O リングシールを取り付けます。120 ページの「ライナーと O リングを取り付けるには」を参照してください。

パージ付き充填カラム注入口を使用する場合は、チェックアウトカラム用に新しいライナーとガラスインサートを取り付けます。また、新しいセプタム、新しい O リングも取り付けます。122 ページの「セプタムの交換」および 142 ページの「O リングを交換する」を参照してください。

Cool On-Column 注入口を使用する場合には、新しいセプタムを取り付け、カラム内にニードルがきちんと合っていることを確認します。122 ページの「セプタムの交換」および 131 ページの「注入口のクリーニング」を参照してください。

PTV 注入口をセプタムヘッドで使用する場合には、新しいセプタムまたはマイクロシール、注入口アダプタ、銀シール、ガラスライナーを取り付けます。122 ページの「セプタムの交換」、157 ページの「ライナーの交換」および 150 ページの「注入口アダプタの交換方法」を参照してください。

PTV 注入口をセプタムレスヘッドで使用する場合には、ヘッドをクリーニングしてテフロンフェラルとガラスライナーを交換します。152 ページの「セプタムレスヘッドのクリーニング」、154 ページの「テフロンフェラルの交換」および 157 ページの「ライナーの交換」を参照してください。

2. 6850 評価カラムを取り付けます。
3. もし取り付けられていれば、検出器の上部にある TCD 排気ベントから保護キャップを取り外し、注入口マニホルドのベントからもキャップを外します。

ケミステーションのセットアップ

1. 6850 をテストできるよう、適切なオンライン装置を立ち上げます。設定を以下のようにしてください：

パス	設定
表示 / メソッド実行 / コントロール表示 / 装置 / パラメータ編集 / オプション	メソッドが読み込まれた後、装置のキーボードをロックしますか？ = いいえ
表示 / メソッド実行 / コントロール表示 / 装置 / パラメータ編集 / シグナル	シグナル 1 を検出器に定義します。
	全データを保存 を選択します
	データレート = 5 Hz

2. 表 17 にリストされたとおりにパラメータ値を入力します。
3. カラムを定義します。
4. メソッドを保存します。名前には TCDCKO を使用するとよいでしょう。

5. GC が ON になっていることを確認します。レディになるまで待ちます。

表 17. TCD チェックアウト分析条件（メソッド TCDCKO）

カラムとサンプル	
タイプ	HP-1、30 m × 0.32 mm × 0.25μm 部品番号 19091Z-413E
サンプル	FID/TCD チェックアウト 18710-60170
注入量	1 μL
注入口	
温度	250 ℃パージ付き充填およびスプリット / スプリットレス注入口 オーブントラック（Cool On-Column） 40 ℃ PTV（下記参照）
注入口圧力	25 psi（定圧力、ヘリウム）
スプリット / スプリットレス	
モード	スプリットレス
パージ流量	60 mL/ 分
パージ時間	0.75 分
PTV	
モード	スプリットレス
注入口温度	40 ℃
イニシャルタイム	0.1 分
昇温速度 1	720 ℃ / 分
ファイナル温度 1	350 ℃
ファイナルタイム 1	2 分
昇温速度 2	100 ℃ / 分
ファイナル温度 2	250 ℃
ファイナルタイム 2	0 分
パージ時間	0.75 分
パージ流量	60 mL/ 分
検出器	
温度	300 ℃
リファレンス流（He）	20 mL/ 分
メークアップ流（He）	2 mL/ 分
オフセット	30 ディスプレイカウント未満

表 17. TCD チェックアウト分析条件（メソッド TCDCKO）(続き)

オーブン	
イニシャル温度	40 ℃
イニシャルタイム	0 分
昇温速度 1	25 ℃ / 分
ファイナル温度	90 ℃
ファイナルタイム	0 分
昇温速度 2	15 ℃ / 分
ファイナル温度	170 ℃
ファイナルタイム	2 分

オフセットチェックアウト

シグナル出力を表示して、バックグラウンドオフセットを決定します。0.5 ～ 30 ディスプレイ単位（以内）の任意の値で安定したオフセットが得られれば合格です。

- オフセットが 0.5 ディスプレイ単位未満であれば、検出器フィラメントが ON になっているかどうかを確認します。ON になっていてもオフセットが 0.5 ディスプレイ単位未満であるなら、その検出器はサービスを必要とします。
- オフセットが、30 ディスプレイ単位を超えているなら、化学物質による汚染がシグナルを大きくしているかもしれません。サーマルクリーンアウトを実施してください（詳細は 185 ページの「サーマルクリーニング（焼出し）」を参照してください）。クリーニングをしても許容できるシグナルが得られないなら、ガス純度をチェックします。より高い純度のガスを使用し、そしてトラップも取り付けます。

ノイズ、ワンダー、ドリフト

1. ケミステーションで設定を以下のようにします：

パス	設定
表示	フルメニュー
表示 / データ解析 / レポート / レポート選択	パフォーマンス＋ノイズ、OK
	システムスータビリティ、ノイズレンジ編集、1.01 分を超える幾つかのレンジと 5 分のレンジ、OK
表示 / メソッド / 名前を付けてメソッド保存	メソッド名
装置メニュー / パラメータ編集	オーブン、検証オーブン温度 = 40 ℃
	イニシャル時間 = 12 分、速度 1 = 0 ℃ / 分、OK
表示 / ランコントロール / サンプル情報	ディレクトリとファイル名を入力

2. Start を押してブランク分析を実行し、それが終わるのを待ちます。
3. **表示 / データ解析**を選択します。直前のブランク分析で得られたデータファイルを読み込みます。
4. **レポート / レポート選択**を選択します。出力先にプリンタとスクリーンを選択します。
5. **積分 / 積分**を選択します。
6. 積分が終了したら、**レポート / レポート印刷**を選択します。レポートにはノイズ（ピークツーピーク、変動係数、ASTM ノイズ）、ワンダー、ドリフトの測定結果がリストされます。
   - ASTM ノイズは 0.057 ディスプレイ単位未満でなければなりません（TCD では 25µV/ ディスプレイ単位）。
   - ワンダーおよびドリフトは（5 分の時間ウィンドウで）0.14 ディスプレイ単位未満でなければなりません。

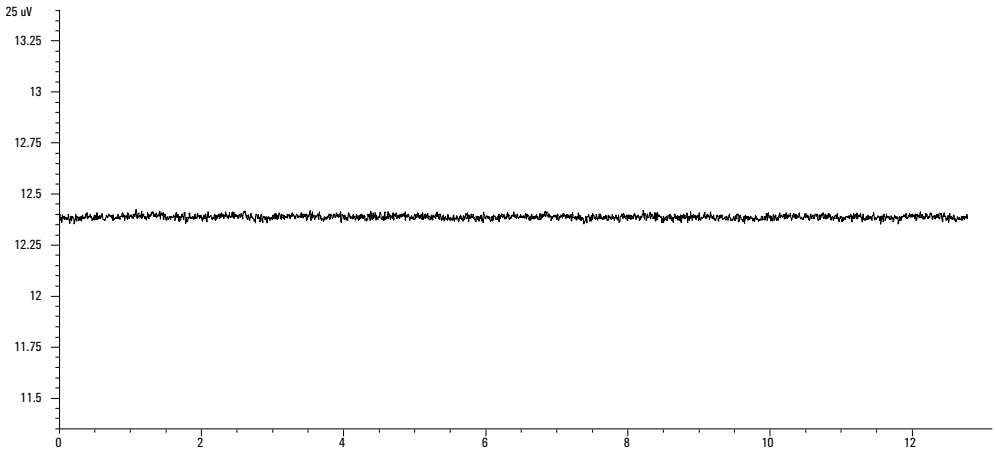


図 6.　TCD ノイズ、ワンダー、ドリフトプロット例

ケミカルチェックアウト

1. 6850 キーパッドで Prep Run を押し、注入口でスプリットレス注入の準備をします。メッセージ "Ready for manual inj" が表示されたら、チェックアウト試料 1 µL を注入し、6850 キーパッドの Start を押します。
2. 図 7 と同様なクロマトグラムが得られたことを確認します。許容基準は：
   - C14、C15、C16 とラベルされた化合物の面積カウントはそれぞれ 73 を超えた値であること。
   - C14/C16 で計算される面積カウントの比は 1.00 ± 0.10 の範囲内。
   - MDL（C16, pg/mL）=（1,272,000 × Noise）/（Area C16）の値が 1,000 以下。
3. これらの基準が満たされないようなら、テストを繰り返します。テストを

繰り返しても基準が満たされないなら、より詳しい情報を得るためサービス / ユーザマニュアルを調べます。

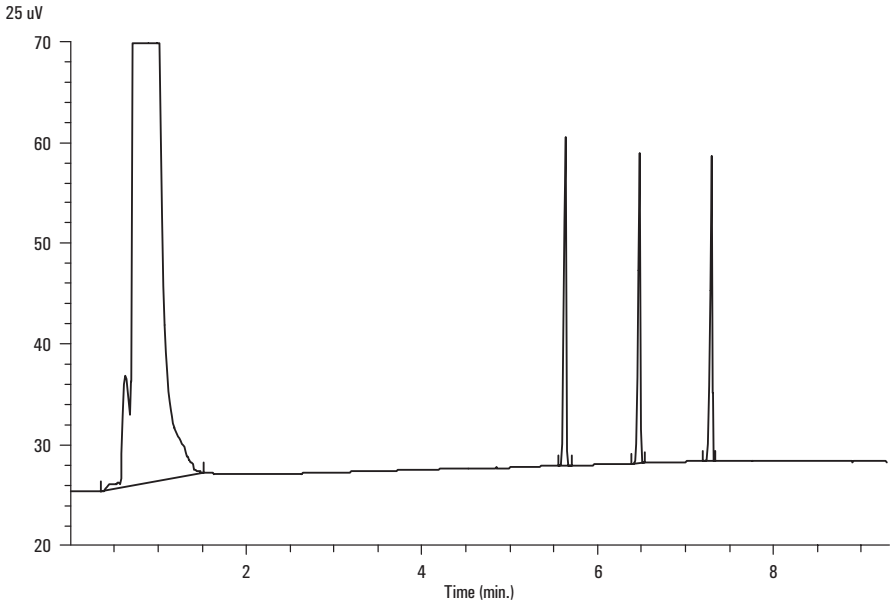


図 7.　TCD チェックアウトのクロマトグラム例

FID チェックアウト

テストの範囲

以下の手順で FID 検出器が適正に操作できることを確認します。

必要なパーツと装置

すべての種類の注入口

6850 評価カラム、30 m × 0.320 mm × 0.25mm HP-1、パーツ番号 19091Z-413E

FID/TCD 性能評価（チェックアウト）試料、パーツ番号 18710-60170

クロマトグラフグレードガス：ヘリウム、窒素、水素、空気

スプリット / スプリットレス注入口およびパージ付き充填注入口

10 µL シリンジ、パーツ番号 9301-0810 または相当品

O リング、パーツ番号 5180-4182（スプリット / スプリットレス）または 5080-8898（パージ付き充填カラム）

セプタム、パーツ番号 5181-1263

Cool On-Column 注入口

セプタムナットを使用 :

ニードル、パーツ番号 5182-0831、マニュアルシリンジ用

セプタムナット、パーツ番号 19245-80521

ダックビルセプタムを使用

ニードル、熔融シリカ、パーツ番号 19091-63000

シリンジ、熔融シリカニードル用、パーツ番号 9301-0658

セプタム、パーツ番号 19245-40050

PTV 注入口

10 µL シリンジ、パーツ番号 9301-0810 または相当品

注入口アダプタ、GRAPHPACK-2M、パーツ番号 5182-9761

銀シール、GRAPHPACK-2M 用、パーツ番号 5182-9763

ガラスライナー、マルチバフル、パーツ番号 5183-2037

テフロンフェラル、パーツ番号 5182-9748（セプタムレスヘッド）

マイクロシール交換部品、パーツ番号 5182-3444（取り付けられている場合）

GRAPHPACK 3D フェラル、パーツ番号 5182-9749

GC のセットアップ

警告

これまで操作していた装置は加熱部分が高温になっており、火傷のおそれがあります。加熱部分とオーブンのスイッチを切り、十分な時間待って装置を冷却してください。

1. スプリット / スプリットレス注入口を使用する場合は、注入口に新しいセプタム、新しいスプリットレスライナー、新しい O リングシールを取り付けます。120 ページの「ライナーと O リングを取り付けるには」を参照してください。

   パージ付き充填カラム注入口を使用する場合は、チェックアウトカラム用に新しいライナーとガラスインサートを取り付けます。また、新しいセプタム、新しい O リングも取り付けます。122 ページの「セプタムの交換」および 142 ページの「O リングを交換する」を参照してください。

   Cool On-Column 注入口を使用する場合には、新しいセプタムを取り付け、カラム内にニードルがきちんと合っていることを確認します。122 ページの「セプタムの交換」および 131 ページの「注入口のクリーニング」を参照してください。

   セプタムヘッドつきの PTV 注入口を使用する場合には、新しいセプタムまたはマイクロシール、注入口アダプタ、銀シール、ガラスライナーを取り付けてください。156 ページの「セプタムの交換」、157 ページの「ライナーの交換」および 150 ページの「注入口アダプタの交換方法」を参照してください。

   セプタムレスヘッドの PTV 注入口を使用する場合には、ヘッドをクリーニングしてテフロンフェラルとガラスライナーを交換してください。152 ページの「セプタムレスヘッドのクリーニング」、154 ページの「テフロンフェラルの交換」および 157 ページの「ライナーの交換」を参照してください。
2. FID 検出器に 0.28mm（0.011 インチ）ジェット およびキャピラリカラムアダプタを取り付けます（まだ取り付けられていない場合）。
3. 6850 評価カラムを取り付けます。
4. もし取り付けられていれば、注入口マニホールドのベントから保護キャップを外します。

ケミステーションのセットアップ

1. 6850 をテストできるよう、適切なオンライン装置を立ち上げます。設定を以下のようにしてください：

パス	設定
表示 / メソッド実行 / コントロール表示 / 装置 / パラメータ編集 / オプション	メソッドが読み込まれた後、装置のキーボードをロックしますか？ = いいえ
表示 / メソッド実行 / コントロール表示 / 装置 / パラメータ編集 / シグナル	シグナル 1 を検出器に定義します。
	全データを保存 を選択します
	データレート = 20 Hz

2. 表 18. にリストされたとおりにパラメータ値を入力します。

3. カラムを定義します。
4. メソッドを保存します。名前には FIDCKO を使用するとよいでしょう。

表 18. FID チェックアウト条件（メソッド FIDCKO）

カラムとサンプル	
タイプ	HP-1、30 m × 0.32 mm × 0.25μm 部品番号 19091Z-413E
サンプル	FID/TCD チェックアウト 18710-60170
注入量	1 μL
注入口	
温度	250 ℃パージ付き充填およびスプリット / スプリットレス オーブントラック（Cool On-Column） 40 ℃ PTV（下記参照）
注入口圧力	25 psi（定圧力、ヘリウム）
スプリット / スプリットレス	
モード	スプリットレス
パージ流量	60 mL/ 分
パージ時間	0.75 分
PTV	
モード	スプリットレス
注入口温度	40 ℃
イニシャルタイム	0.1 分
昇温速度 1	720 ℃ / 分
ファイナル温度 1	350 ℃
ファイナルタイム 1	2 分
昇温速度 2	100 ℃ / 分
ファイナル温度 2	250 ℃
ファイナルタイム 2	0 分
パージ時間	0.75 分
パージ流量	60 mL/ 分
検出器	
温度	300 ℃
H2 流量	30 mL/ 分
空気流量	400 mL/ 分
メークアップ流量（N_2）	25 mL/ 分
点火オフセット	20 pA 未満

表 18. FID チェックアウト条件（メソッド FIDCKO）(続き)

オーブン	
イニシャル温度	40 ℃
イニシャルタイム	0 分
昇温速度 1	25 ℃ / 分
ファイナル温度	90 ℃
ファイナルタイム	0 分
昇温速度 2	15 ℃ / 分
ファイナル温度	170 ℃
ファイナルタイム	2 分

バックグラウンドオフセットチェック

1. FID が点火している場合は、FID 炎を消します。
2. シグナル出力を表示して、消火時のバックグラウンドオフセットを決定します。2.0 ディスプレイ単位未満で安定したオフセットが得られれば合格です。オフセットが 2.0 ディスプレイ単位以上の場合は、187 ページの「フレームイオン化検出器（FID）のメンテナンス」に書かれたやり方で検出器をクリーニングします。
3. FID 炎を点火します。検出器の出力が増加し安定した値になるのが観察されます。

   そうならない場合は、FID 排気筒のすぐ上に、クロムメッキしたレンチなどの冷たい金属鏡面をかざします。点火している場合は、水の凝縮が認められます。

   炎が点火しない場合は、すべての流量とガス供給源の圧力を再チェックします。それでも点火しない場合は、188 ページの「フレームが消えるか点火しない」を参照してください。
4. 炎が点火した状態で、ディスプレイ上の FID シグナルを観察します。これは 点火時のバックグラウンドオフセットです。5 ～ 20 ディスプレイ単位の間で安定した値が得られれば合格です。エアクリーニングシステムを使用している場合は、シグナルは 5 未満で安定することもあります。

   もし値が 20 ディスプレイ単位を超えている場合は、サーマルクリーンアウトを実施してください。詳しくは、185 ページの「サーマルクリーニング（焼出し）」を参照してください。

   もし値が 5 ディスプレイ単位未満である場合は、エレクトロメータが ON になっているかどうか確認します。OFF になっている場合は、消火時のバックグラウンドオフセットを再度チェックします。すでに ON になっている場合は、その検出器はサービスを必要とします。

ノイズ、ワンダー、ドリフト

1. ケミステーションで設定を以下のようにします：

パス	設定
表示	フルメニュー
表示 / データ解析 / レポート / レポート選択	パフォーマンス＋ノイズ、OK システムスータビリティ、ノイズレンジ編集、1.01 分 を超える幾つかのレンジと 5 分 のレンジ、OK
表示 / メソッド / 名前を付けてメソッド保存	メソッド名
装置メニュー / パラメータ編集	オーブン、検証オーブン温度 = 40 ℃ イニシャル時間 = 12 分、速度 1 = 0 ℃ / 分、OK
表示 / ランコントロール / サンプル情報	ディレクトリとファイル名を入力、ウィンドウを閉じる

2. `Start` を押してブランク分析を実行し、それが終わるのを待ちます（図 8）。

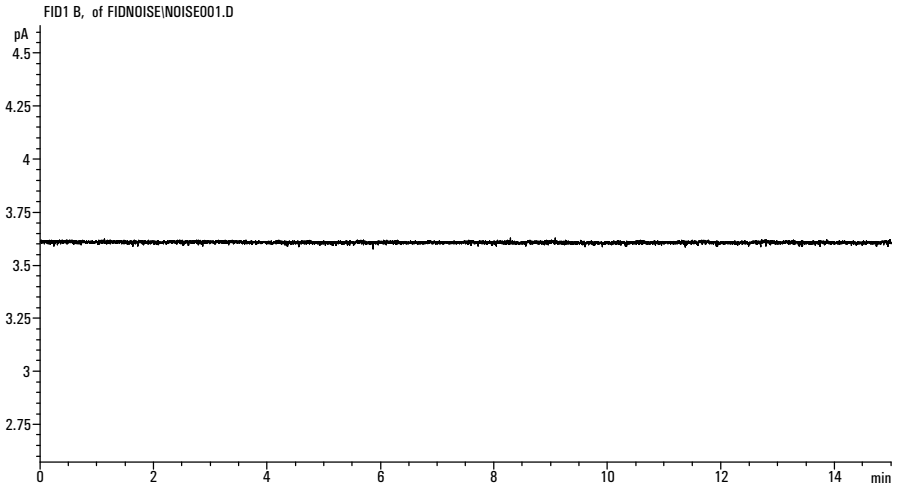


図 8. FID ノイズ、ワンダー、ドリフトプロット例

3. **表示 / データ解析**を選択します。直前のブランク分析で得られたデータファイルを読み込みます。
4. **レポート / レポート選択**を選択します。出力先にプリンタとスクリーンを選択します。
5. **積分 / 積分**を選択します。
6. 積分が終了したら、**レポート / レポート印刷**を選択します。レポートにはノイズ（ピークツーピーク、変動係数、ASTM ノイズ）、ワンダー、ドリフトの測定結果がリストされます。
7. ASTM ノイズは 0.0382 pA 未満でなければなりません。
8. ワンダーは（2 分の時間ウィンドウで）0.0892 pA 未満でなければなりません。
9. ドリフトは（5 分の時間ウィンドウで）0.1911 pA 未満でなければなりません。

ケミカルチェックアウト

1. 6850 キーパッドで `Prep Run` を押し、注入口でスプリットレス注入の準備をします。"Ready for manual inj" が表示されたら、1 µL のチェックアウトサンプルを注入し、GC の `Start` ボタンを押します。
2. 図 9 と同様なクロマトグラムが得られたことを確認します。
3. 許容基準は：
   - C14、C15、C16 とラベルされた化合物の面積カウントはそれぞれ 4,000 を超えた値であること。
   - C14/C16 で計算される面積カウントの比は 1.00 ± 0.05 の範囲内。
   - MDL（C16, pg/mL）=（436,000 × Noise）/（Area C16）の値が 4 以下。
4. これらの基準が満たされないようなら、テストを繰り返します。テストを繰り返しても基準が満たされないなら、より詳しい情報を得るためサービス / ユーザマニュアルを調べます。

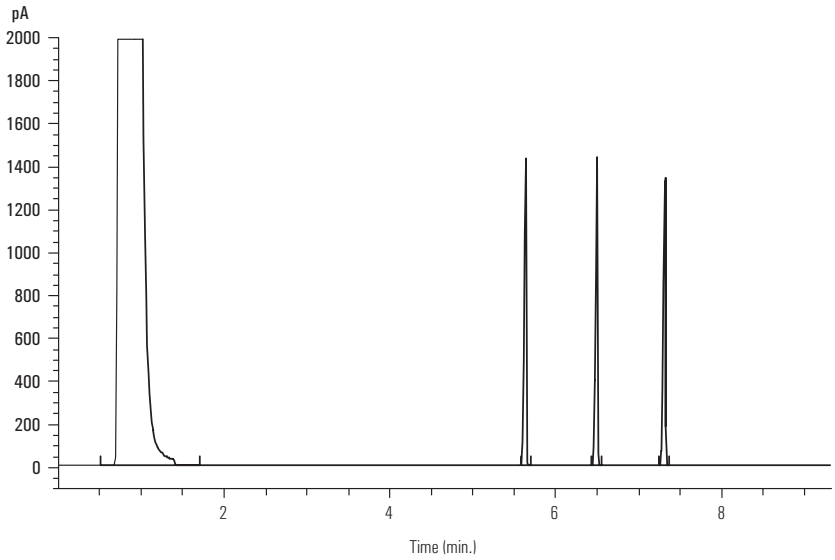


図 9.　FID チェックアウトのクロマトグラム例

μECD チェックアウト

テストの範囲

以下の手順で FID 検出器が適正に操作できることを確認します。

必要なパーツと装置

すべての種類の注入口

6850 評価カラム、30 m × 0.320 mm × 0.25mm HP-1、パーツ番号 19091Z-413E

μECD 性能評価（チェックアウト）試料、パーツ番号 18713-60040

クロマトグラフグレードヘリウム :

スプリット / スプリットレス注入口およびパージ付き充填注入口

10 μL シリンジ、パーツ番号 9301-0810 または相当品

O リング、パーツ番号 5180-4182（スプリット / スプリットレス）または 5080-8898（パージ付き充填カラム）

セプタム、パーツ番号 5181-1263

Cool On-Column 注入口

セプタムナットを使用 :

ニードル、パーツ番号 5182-0831、マニュアルシリンジ用

セプタムナット、パーツ番号 19245-80521

ダックビルセプタムを使用

ニードル、熔融シリカ、パーツ番号 19091-63000

シリンジ、熔融シリカニードル用、パーツ番号 9301-0658

セプタム、パーツ番号 19245-40050

PTV 注入口

10 μL シリンジ、パーツ番号 9301-0810 または相当品

注入口アダプタ、GRAPHPACK-2M、パーツ番号 5182-9761

銀シール、GRAPHPACK-2M 用、パーツ番号 5182-9763

ガラスライナー、マルチバフル、パーツ番号 5183-2037

テフロンフェラル、パーツ番号 5182-9748（セプタムレスヘッド）

マイクロシール交換部品、パーツ番号 5182-3444（取り付けられている場合）

GRAPHPACK 3D フェラル、パーツ番号 5182-9749

GC のセットアップ

警告

これまで操作していた装置は加熱部分が高温になっており、火傷のおそれがあります。加熱部分とオーブンのスイッチを切り、十分な時間待って装置を冷却してください。

1. スプリット / スプリットレス注入口を使用する場合は、注入口に新しいセプタム、新しいスプリットレスライナー、新しい O リングシールを取り付けます。120 ページの「ライナーと O リングを取り付けるには」を参照してください。

   パージ付き充填カラム注入口を使用する場合は、チェックアウトカラム用に新しいライナーとガラスインサートを取り付けます。また、新しいセプタム、新しい O リングも取り付けます。139 ページの「セプタムを交換する」および 142 ページの「O リングを交換する」を参照してください。

   Cool On-Column 注入口を使用する場合には、新しいセプタムを取り付け、カラム内にニードルがきちんと合っていることを確認します。139 ページの「セプタムを交換する」および 131 ページの「注入口のクリーニング」を参照してください。

   PTV（programmable temperature vaporization）注入口をセプタムヘッドで使用する場合には、新しいセプタムまたはマイクロシール、注入口アダプタ、銀シール、ガラスライナーを取り付けます。156 ページの「セプタムの交換」、157 ページの「ライナーの交換」および 150 ページの「注入口アダプタの交換方法」を参照してください。

   セプタムレスヘッドの PTV 注入口を使用する場合には、ヘッドをクリーニングしてテフロンフェラルとガラスライナーを交換してください。152 ページの「セプタムレスヘッドのクリーニング」、154 ページの「テフロンフェラルの交換」および 157 ページの「ライナーの交換」を参照してください。
2. 必要に応じ、新しい熔融シリカ μECD ライナー（パーツ番号 G2397-20540）をキャピラリカラムアダプタに取り付けます。
3. 6850 評価カラムを取り付けます。
4. もし取り付けられていれば、注入口マニホールドのベントから保護キャップを外します。

ケミステーションのセットアップ

1. 6850 をテストできるよう、適切なオンライン装置を立ち上げます。設定を以下のようにしてください：

パス	設定
表示 / メソッド実行 / コントロール表示 / 装置 / パラメータ編集 / オプション	メソッドが読み込まれた後、装置のキーボードをロックしますか？ = いいえ
表示 / メソッド実行 / コントロール表示 / 装置 / パラメータ編集 / シグナル	シグナル 1 を検出器に定義します。
	全データを保存 を選択します
	データレート = 20 Hz

2. 表 19 にリストされたとおりにパラメータ値を入力します。
3. カラムを定義します。
4. メソッドを保存します。名前には ECDCKO を使用するとよいでしょう。

表 19. μECD チェックアウト分析条件（メソッド ECDCKO）

カラムとサンプル	
タイプ	HP-1、30 m × 0.32 mm × 0.25μm 部品番号 19091Z-413E
サンプル	μECD チェックアウト 18713-60040
注入量	1 μL
注入口	
温度	200 ℃パージ付き充填 250 ℃スプリット / スプリットレス オーブントラック（Cool On-Column） 80 ℃ PTV（下記参照）
注入口圧力	25 psi（定圧力、ヘリウム）
スプリット / スプリットレス	
モード	スプリットレス
パージ流量	60 mL/ 分
パージ時間	0.75 分
PTV	
モード	スプリットレス
注入口温度	80 ℃
イニシャルタイム	0.1 分

表 19. μECD チェックアウト分析条件（メソッド ECDCKO）　（続き）

昇温速度 1	720 ℃ / 分
ファイナル温度 1	350 ℃
ファイナルタイム 1	2 分
昇温速度 2	100 ℃ / 分
ファイナル温度 2	250 ℃
ファイナルタイム 2	0 分
パージ時間	0.75 分
パージ流量	60 mL/ 分
検出器	
温度	300 ℃
陽極パージ流量（N_2）	60 mL/ 分
メークアップ流（N_2）	25 ± 2 mL/ 分
オフセット	1000 ディスプレイカウント未満
オーブン	
イニシャル温度	80 ℃
イニシャルタイム	0 分
昇温速度 1	15 ℃ / 分
ファイナル温度	180 ℃
ファイナルタイム	10 分

オフセットチェックアウト

シグナル出力を表示して、バックグラウンドオフセットを決定します。1000 ディスプレイ単位以内で安定したオフセットが得られれば合格です。

- もしオフセットが 0.5 ディスプレイ単位未満である場合は、エレクトロメータが ON になっているかどうか確認します。ON になっていてもオフセットが 0.5 ディスプレイ単位未満であるなら、その検出器はサービスを必要とします。
- オフセットが、1000 ディスプレイ単位を超えているなら、化学物質による汚染がシグナルを大きくしているかもしれません。サーマルクリーンアウトを実施してください（詳細は 207 ページの「サーマルクリーニング」を参照してください）。サーマルクリーニングをしても許容できるシグナルが得られない場合には、ガス純度をチェックします。より高い純度のガスを使用し、そしてトラップも取り付けます。

ノイズ、ワンダー、ドリフト

1. ケミステーションで設定を以下のようにします：

パス	設定
表示	フルメニュー
表示 / データ解析 / レポート / レポート選択	パフォーマンス＋ノイズ、OK
	システムスータビリティ、ノイズレンジ編集、1.01 分 を超える幾つかのレンジと 5 分 のレンジ、OK
表示 / メソッド / 名前を付けてメソッド保存	メソッド名
装置メニュー / パラメータ編集	オーブン、検証オーブン温度 = 40 ℃
	イニシャル時間 = 12 分、速度 1 = 0 ℃ / 分、OK
表示 / ランコントロール / サンプル情報	ディレクトリとファイル名を入力、ウィンドウを閉じる

2. Start を押してブランク分析を実行し、それが終わるのを待ちます。
3. **表示 / データ解析**を選択します。直前のブランク分析で得られたデータファイルを読み込みます。
4. **レポート / レポート選択**を選択します。出力先にプリンタとスクリーンを選択します。
5. **積分 / 積分**を選択します。
6. 積分が終了したら、レポート / レポート印刷を選択します。レポートにはノイズ（ピークツーピーク、変動係数、ASTM ノイズ）、ワンダー、ドリフトの測定結果がリストされます。
7. ASTM ノイズは 3.0 Hz 未満でなければなりません。
8. ワンダーは（2 分の時間ウィンドウで）5 Hz 未満でなければなりません。
9. ドリフトは（5 分の時間ウィンドウで）、|15| Hz/ 時以上でなければなりません。

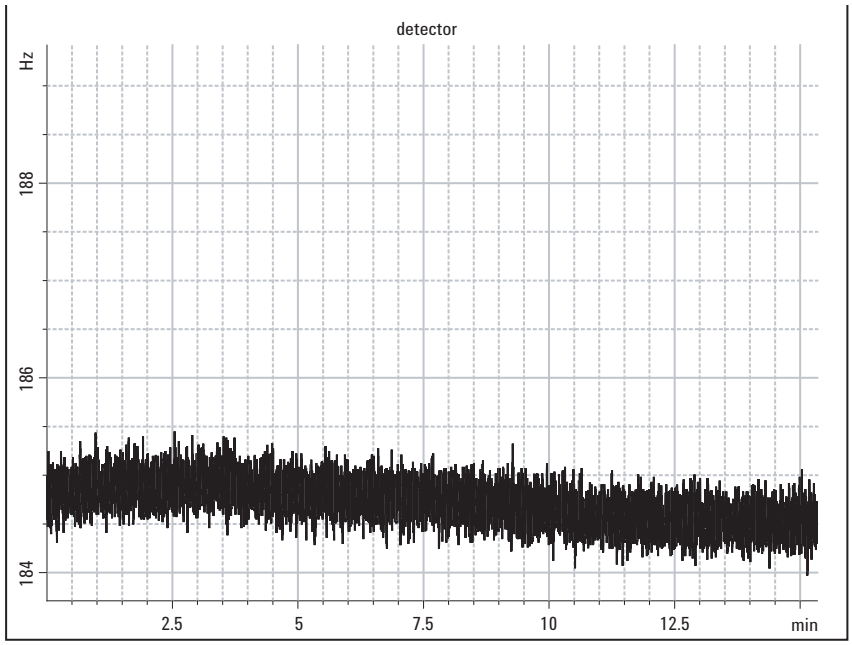
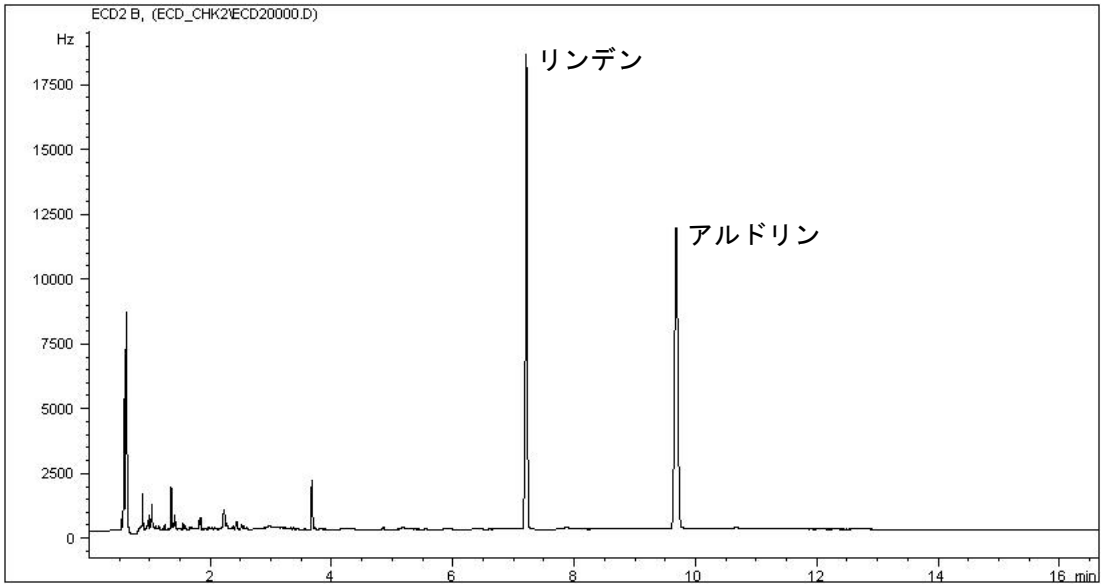


図 10. μECD ノイズ、ワンダー、ドリフトプロット例

ケミカルチェックアウト

1. 6850 キーパッドで `Prep Run` を押し、注入口でスプリットレス注入の準備をします。"Ready for manual inj" が表示されたら、1 µL のチェックアウトサンプルを注入し、GC の `Start` ボタンを押します。
2. 図 11 と同様なクロマトグラムが得られたことを確認します。
3. 許容基準は：
   - ピークレスポンスが 7500 × Noise 以上
4. これらの基準が満たされないようなら、テストを繰り返します。テストを繰り返しても基準が満たされないなら、より詳しい情報を得るためサービス / ユーザマニュアルを調べます。



リテンションタイムには差が出ますが、ピークは例と同じようになるはずです。

図 11. μECD チェックアウトのクロマトグラム例

FPD 検出器のチェックアウト

テストの範囲

以下の手順で FPD 検出器が適正に操作できることを確認します。

必要なパーツと装置

すべての種類の注入口

6850 評価カラム、30 m × 0.320 mm × 0.25mm HP-1、パーツ番号 19091Z-413E

FPD 性能評価（チェックアウト）試料、パーツ番号 8500-3697

クロマトグラフグレードガス：ヘリウム、窒素、水素、空気

スプリット / スプリットレス注入口およびパージ付き充填注入口

10 µL シリンジ、パーツ番号 9301-0810 または相当品

O リング、パーツ番号 5180-4182（スプリット / スプリットレス）または 5080-8898（パージ付き充填カラム）

セプタム、パーツ番号 5181-1263

Cool On-Column 注入口

セプタムナットを使用 :

ニードル、パーツ番号 5182-0831、マニュアルシリンジ用

セプタムナット、パーツ番号 19245-80521

ダックビルセプタムを使用

ニードル、熔融シリカ、パーツ番号 19091-63000

シリンジ、熔融シリカニードル用、パーツ番号 9301-0658

セプタム、パーツ番号 19245-40050

PTV 注入口

10 µL シリンジ、パーツ番号 9301-0810 または相当品

注入口アダプタ、GRAPHPACK-2M、パーツ番号 5182-9761

銀シール、GRAPHPACK-2M 用、パーツ番号 5182-9763

ガラスライナー、マルチバフル、パーツ番号 5183-2037

テフロンフェラル、パーツ番号 5182-9748（セプタムレスヘッド）

マイクロシール交換部品、パーツ番号 5182-3444（取り付けられている場合）

GRAPHPACK 3D フェラル、パーツ番号 5182-9749

GC のセットアップ

警告

これまで操作していた装置は加熱部分が高温になっており、火傷のおそれがあります。加熱部分とオーブンのスイッチを切り、十分な時間待って装置を冷却してください。

1. スプリット / スプリットレス注入口を使用する場合は、注入口に新しいセプタム、新しいスプリットレスライナー、新しい O リングシールを取り付けます。120 ページの「ライナーと O リングを取り付けるには」を参照してください。

   パージ付き充填カラム注入口を使用する場合は、チェックアウトカラム用に新しいライナーとガラスインサートを取り付けます。また、新しいセプタム、新しい O リングも取り付けます。139 ページの「セプタムを交換する」および 142 ページの「O リングを交換する」を参照してください。

   Cool On-Column 注入口を使用する場合には、新しいセプタムを取り付け、カラム内にニードルがきちんと合っていることを確認します。139 ページの「セプタムを交換する」および 131 ページの「注入口のクリーニング」を参照してください。

   セプタムヘッドつきの PTV（programmable temperature vaporization）インレットを使用する場合には、新しいセプタムまたはマイクロシール、注入口アダプタ、銀シール、ガラスライナーを取り付けてください。156 ページの「セプタムの交換」、157 ページの「ライナーの交換」および 150 ページの「注入口アダプタの交換方法」を参照してください。

   セプタムレスヘッドの PTV 注入口を使用する場合には、ヘッドをクリーニングしてテフロンフェラルとガラスライナーを交換してください。152 ページの「セプタムレスヘッドのクリーニング」、154 ページの「テフロンフェラルの交換」および 157 ページの「ライナーの交換」を参照してください。
2. テスト用に適切な波長フィルタ（S または P）を取り付けます。210 ページの「波長フィルタの交換」を参照してください。
3. 6850 評価カラムを取り付けます。
4. もし取り付けられていれば、注入口マニホールドのベントから保護キャップを外します。

ケミステーションのセットアップ

1. 6850 をテストできるよう、適切なオンライン装置を立ち上げます。設定を以下のようにしてください：

パス	設定
表示 / メソッド実行 / コントロール表示 / 装置 / パラメータ編集 / オプション	メソッドが読み込まれた後、装置のキーボードをロックしますか？ = いいえ
表示 / メソッド実行 / コントロール表示 / 装置 / パラメータ編集 / シグナル	シグナル 1 を検出器に定義します。
	全データを保存 を選択します
	データレート = 20 Hz

2. 表 20 にリストされたとおりにパラメータ値を入力します。
3. カラムを定義します。
4. メソッドを保存します。名前には FPDCKO を使用するとよいでしょう。

表 20. FPD チェックアウト条件（メソッド FPDCKO）

カラムとサンプル	
タイプ	HP-1、30 m × 0.32 mm × 0.25μm 部品番号 19091Z-413E
サンプル	FPD チェックアウト 8500-3697
注入量	1 μL
注入口	
温度	250 ℃パージ付き充填およびスプリット / スプリットレス オーブントラック（Cool On-Column） 80 ℃ PTV（下記参照）
注入口圧力	25 psi（定圧力、ヘリウム）
スプリット / スプリットレス	
モード	スプリットレス
パージ流量	60 mL/ 分
パージ時間	0.75 分
PTV	
モード	スプリットレス
注入口温度	80 ℃
イニシャルタイム	0.1 分
昇温速度 1	720 ℃ / 分
ファイナル温度 1	350 ℃

表 20. FPD チェックアウト条件（メソッド FPDCKO）(続き)

ファイナルタイム 1	2 分
昇温速度 2	100 ℃ / 分
ファイナル温度 2	250 ℃
ファイナルタイム 2	0 分
パージ時間	0.75 分
パージ流量	60 mL/ 分
検出器	
温度	200 ℃
H_2 流量	75 ± 2 mL/ 分
空気流量	100 ± 2 mL/ 分
メークアップ流量（N_2）	60 ± 2 mL/min
オフセット、流量 OFF（O-fa）	40 ディスプレイ単位未満
オフセット、炎 ON（O+fb）	[（O-fa）+ 85 ディスプレイ単位] 未満
オーブン	
イニシャル温度	60 ℃
イニシャルタイム	0 分
昇温速度 1	25 ℃ / 分
ファイナル温度	110 ℃
ファイナルタイム	0 分
昇温速度 2	10 ℃ / 分
ファイナル温度	170 ℃
ファイナルタイム	3 分

バックグラウンドオフセットチェック

1. FPD が点火している場合は、FPD 炎を消します。
2. シグナル出力を表示して、消火時のバックグラウンドオフセットを決定します。40 ディスプレイ単位未満で安定したオフセットが得られれば合格です。
3. 炎を点火します。検出器の出力が増加し安定した値になるのが観察されます。

そうならない場合には、アルミニウムの排気管のゴムの滴管を取り外し、鏡などの光を反射するものを近づけ、炎が点灯している場合にできる曇りを観察します。

炎が点灯していない場合には、208 ページの「炎点火の問題」を参照してください。

4. 炎が点火した状態で、ディスプレイ上の FPD シグナルを観察します。これは 点火時のバックグラウンドオフセットです。炎 OFF+85 ディスプレイ単位未満で安定したオフセットが得られれば合格です。

   もし値が 5 ディスプレイ単位未満である場合は、エレクトロメータが ON になっているかどうか確認します。OFF になっている場合は、消火時のバックグラウンドオフセットを再度チェックします。すでに ON になっている場合は、その検出器はサービスを必要とします。

ノイズ、ワンダー、ドリフト

1. ケミステーションで設定を以下のようにします：

パス	設定
表示	フルメニュー
表示 / データ解析 / レポート / レポート選択	パフォーマンス＋ノイズ、OK
	システムスータビリティ、ノイズレンジ編集、1.01 分 を超える幾つかのレンジと 5 分 のレンジ、OK
表示 / メソッド / 名前を付けてメソッド保存	メソッド名
装置メニュー / パラメータ編集	オーブン、イニシャル温度 60 ℃
	イニシャル時間 = 12 分、速度 1 = 0 ℃ / 分、OK
表示 / ランコントロール / サンプル情報	ディレクトリとファイル名を入力、ウィンドウを閉じる

2. `Start` を押してブランク分析を実行し、それが終わるのを待ちます。
3. **表示 / データ解析**を選択します。直前のブランク分析で得られたデータファイルを読み込みます。
4. **レポート / レポート選択**を選択します。出力先にプリンタとスクリーンを選択します。
5. **積分 / 積分**を選択します。
6. 積分が終了したら、**レポート / レポート印刷**を選択します。レポートにはノイズ（ピークツーピーク、変動係数、ASTM ノイズ）、ワンダー、ドリフトの測定結果がリストされます。

7. ベースシグナルは次のようになるはずです :
   炎 OFF　　40 ディスプレイ単位以下
   フレーム ON　　炎 OFF+ 85 ディスプレイ単位以下
8. ASTM ノイズは 5 ディスプレイ単位未満でなければなりません。
9. ワンダーは（2 分の時間ウィンドウで）2.5 ディスプレイ単位未満でなければなりません。
10. ドリフトは（5 分の時間ウィンドウで）、|5| ディスプレイ単位 / 時以下でなければなりません。図 12 を参照してください。

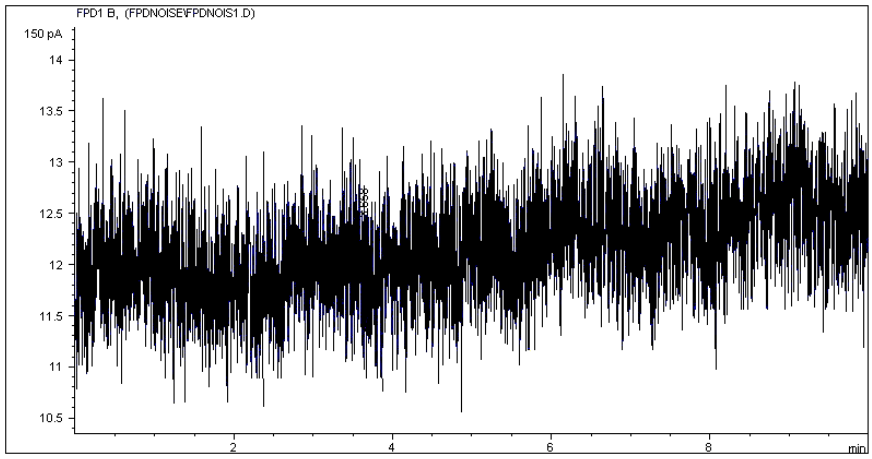
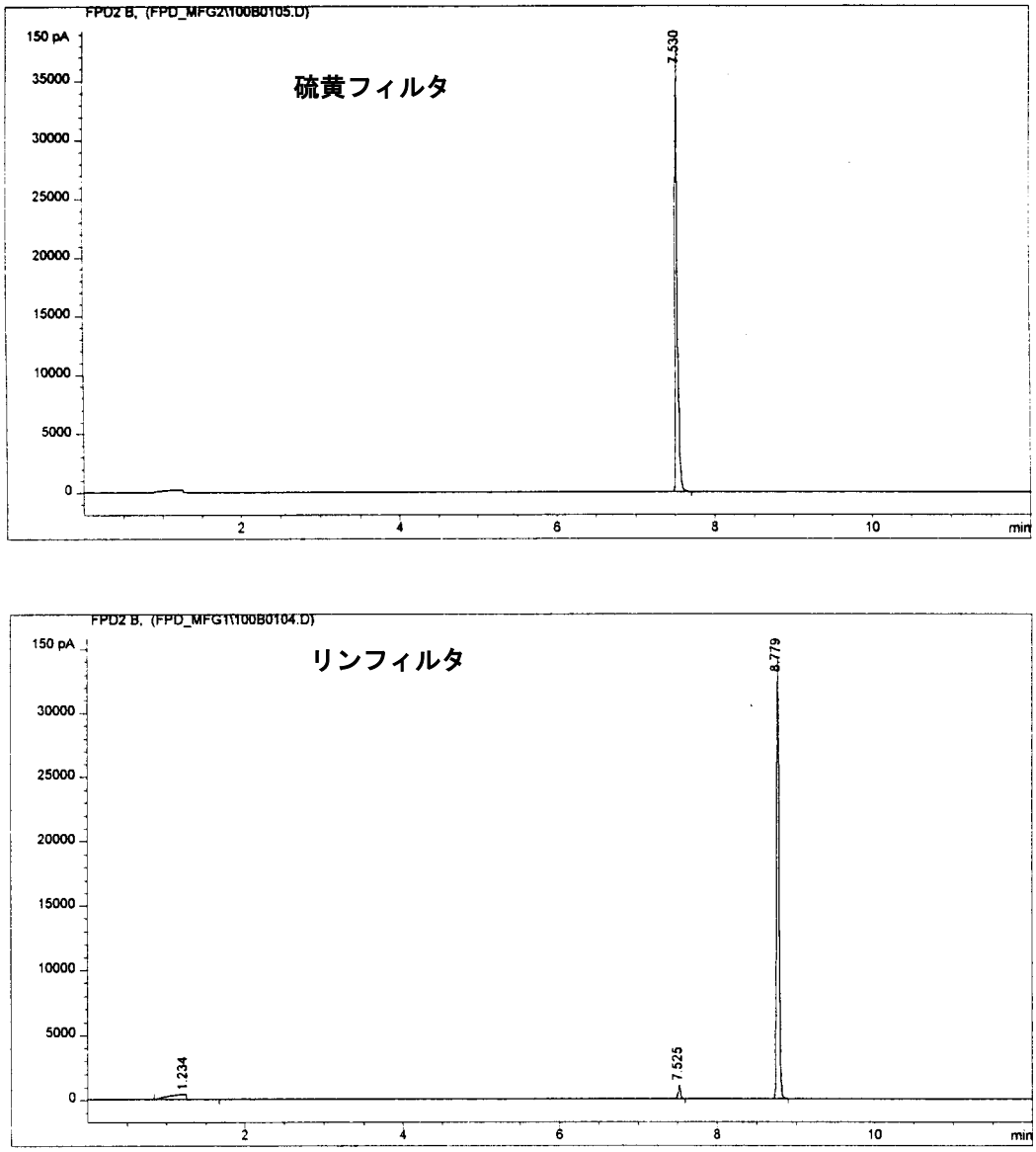


図 12.　FPD ノイズ、ワンダー、ドリフトプロット例

ケミカルチェックアウト

1. 6850 キーパッドで `Prep Run` を押し、注入口でスプリットレス注入の準備をします。"Ready for manual inj" が表示されたら、1 µL のチェックアウトサンプルを注入し、GC の `Start` ボタンを押します。
2. 図 13 と同様なクロマトグラムが得られたことを確認します。
3. 許容基準は :
   - 硫黄ピークレスポンスが 24000 カウント以上
   - リンピークレスポンスが 24000 カウント以上
4. これらの基準が満たされないようなら、テストを繰り返します。テストを繰り返しても基準が満たされないなら、より詳しい情報を得るためサービス / ユーザマニュアルを調べます。



リテンションタイムには差が出ますが、ピークは例と同じようになるはずです。

図 13.　典型的な FPD チェックアウトクロマトグラム

メッセージ

GC はその検出器、ガス流路系、オーブン、PC ボードおよび他のコンポーネントの状態をモニタします。もし問題があるようなら、GC はメッセージを表示し、ビープ音を出し、LED を点灯します、もし安全上の問題があるようなら自分で " 安全な状態 " に入ります。

メッセージタイプ

Bad main board や **Fatal error -**（メインボード不良あるいは致命的エラー）これらのメッセージはほとんど常にメインボードの故障を示しており、ボードの交換が必要です。これらのメッセージは通常、装置の電源を ON にしたとき最初に表示されます。メッセージのリストについては表 21 を参照してください。表 21 でリストされた少数の例外として、メインボード不良あるいは致命的エラーのメッセージが表示された場合は、ご担当の Agilent サービスエンジニアに連絡してボードを交換する必要があります。

表 21. メインボード不良と致命的エラーのメッセージ

メッセージ	説明
BAD MAIN BOARD	
Main FPGA failure	メインボード故障
Static RAM failure	メインボード故障
Boot ROM checksum	メインボード故障
Timeout $ #	メインボード故障
FATAL ERROR	
Vect Offset $ #	ファームウェアまたはメインボードの故障
Bus Error $ #	ファームウェアまたはメインボードの故障
Addr Error$ #	ファームウェアまたはメインボードの故障
Instruct $ #	ファームウェアまたはメインボードの故障
Div by 0 $ #	ファームウェアまたはメインボードの故障
Det interface board	ボードが無いか、故障しているか、正しく取り付けられていない。リボンケーブルが壊れている。

Not Ready -（準備ができていない）GC のどれかのコンポーネントで分析の準備ができていません。Not Ready LED が点灯しディスプレイの最初の行にスクローリングメッセージが表示されます。83 ページの表 22 を参照してください。

Method mismatch -（メソッドが一致していない）アクティブメソッドに存在するパラメータは現在の GC コンフィグレーションと一致しません。

- 現在の装置と一致しないパラメータをユーザーがセットすると、メソッドは現在の値を上書きします。たとえば、現在コンフィグレーションされているガスの種類がメソッドで指定されたものと異なる場合は、現在のガスの種類がメソッドのガスの種類に上書きされます。
- 現在の装置と一致しないパラメータがハードウェアに依存するものである場合は、メソッドでその部分は無視され、そして現在のセットポイントがそのまま残ります。たとえば、メソッドが TCD 検出器を使用するもので、それを FID 検出器の装置に読み込んだ場合、メソッドの TCD 情報は無視され、そして現在の FID パラメータがそのまま残ります。

Warning -（警告）ある問題が存在しますが装置は分析を実行します。GC はビープ音を 1 回鳴らし、スクローリングメッセージがディスプレイの最初の行に表示されます。GC は分析を開始可能で、分析が開始すると、Warning は消えます。Warning はログファイルに記録されません。

Sequence warning -（シーケンス警告）この警告のセットは番号が付いていないためアルファベット順にリストされています。

Service warning -（サービス警告）- このメッセージは、セプタムなどの消耗部品の耐用期間が過ぎたことを知らせます。

Shutdown -（シャットダウン）ユーザーを危険にさらすか、装置に損傷を与えるおそれのあるハードウェア上の問題です。シャットダウンをする前に、GC は連続した警告ビープを鳴らします（ガス流路系シャットダウンのみ）。そのコンポーネントで指定された時間が経過すると、問題のあるコンポーネントがシャットダウンした後、GC はビープを 1 回鳴らし、警告メッセージが表示されます。GC はノットレディです。エラーはランログに記録されません。

Fault -（フォールト）ユーザー介入を必要とするハードウェア上の問題です。エラーの種類により、GC はビープを鳴らさないか、ビープを 1 回鳴らします。Not Ready LED ライトが点灯しエラーメッセージが表示されます。エラーはランログに記録されます。

2 種類の特別なフォールトは、GC 全体をシャットダウンします：水素ガスをコンフィグレーションされたコンポーネントのガス流路系に問題がある場合と、GC オーブンの熱暴走の状態です。これらのフォールトでは、Stop キーを押すまで GC は連続的にビープを鳴らします。

Memory reset -（メモリリセット）すべての GC メソッド、ランログ、ログブックはバッテリーでバックアップされた GC メモリに保存されています。もしバッテリーが故障して電源を OFF にすると、このデータは失われます、そして次回 GC を ON にしたとき、この警告が表示されます。GC ファームウェアを更新する場合も、これらのデータは更新の際に消去され、再起動したとき、この警告が表示されます。

Undefined errors - サービスの助けが必要なエラー状態の中には、固有のメッセージがないものがあります。そのようなエラーは Undefined error メッセージを表示します。

このメッセージは通常メインボードの不具合か、お手持ちのコンフィグレーションでリビジョンが無効になった GC ファームウェアを示します。装置をチェックして、加熱ゾーン、注入口、ガス、検出器について現在の状態を決定します。

Not Ready メッセージ

表 22. Not Ready メッセージ

温度メッセージ	説明
Aux, Detector, Inlet, or Oven temperature	加熱ゾーンがまだ設定温度で平衡に達していないか、オーブンが OFF になっています。オーブンを ON にして待ちます。
Detector temp low	検出器の温度が低いか、その設定値が損傷を避ける下限の温度より低い値に設定されています。設定値をチェックし、設定値が OK ならば、待ちます。
検出器メッセージ	
Detector H_2, air, or makeup gas flow	流量が設定値に達していません。ガス供給源をチェックします。OK ならば、待ちます。
Detector igniting	炎が点火するまで待ちます。
Detector shutdown	ガス流路系の故障か TCD フィラメントの故障です。
注入口メッセージ	
Inlet flow or pressure	流量が設定値に達していません。ガス供給源をチェックします。OK ならば、待ちます。
Inlet purging	`Prep Run` を押し、レディにします。
Inlet pulse inactive	`Prep Run` を押し、レディにします。
Gas saver active	`Prep Run` を押し、レディにします。
バルブメッセージ	
Multiposition valve	バルブは指定されたポジションに達していません。BCD ケーブルを調べます。
Sampling valve	バルブが ON になっているが Inject Time が経過していないので分析が開始されていないか、バルブが OFF になっているものの Load Time が終了していません。
補助 EPC メッセージ	
Aux *N* pressure	チャネル *N* が設定値に達していません。ガス供給源をチェックします。OK ならば、待ちます。
その他のメッセージ	

Diagnostics mode	テスト中のため GC は通常の操作を行っていません。
Test in progress	テストが終わるのを待つかテストを中止します。
Host system	ケミステーション /Cerity Chemical などのホストがノットレディ状態です。
External device	REMOTE ケーブルで接続された装置がノットレディ状態です。
Power on in progress	待ちます。

Warning メッセージ

WARNING 100 **Oven sensor missing（オーブンセンサがありません）**

考えられる原因 : センサが接続されていない。
センサが壊れている。

GC メインボードはオーブン温度センサを検出できませんでした。熱暴走を避けるため、オーブンは OFF にセットされ、装置はノットレディになります。

WARNING 101 **Excess heater power（ヒーター電力過大）**

考えられる原因 : ヒーターワット数の合計が 210W を超えている。
メインボード故障。

検出器、注入口と補助加熱ゾーンの合計のワット数が 210W を超えています。この値は電源投入時にチェックされるだけです。3 つの加熱ゾーンは "Not installed" にセットされます。

WARNING 103 **Signal 2 buffer full（シグナル 1 バッファ満杯）**

考えられる原因 : データ収集デバイスがオフラインになっていてシグナルバッファが満杯。

接続されているインテグレーターやケミステーションが、分析中にオフラインになると、シグナルデータは GC のシグナルバッファに保存されます。バッファがいっぱいになるとこの警告が表示され、新たなデータは保存されません。

WARNING 104 **Signal 2 buffer full（シグナル 2 バッファ満杯）**

考えられる原因 : コントロールモジュールがオフラインになっていてそのシグナルバッファが満杯。

コントロールモジュールが、分析中にオフラインになると、シグナルデータは GC のシグナルバッファに保存されます。バッファがいっぱいになるとこの警告が表示され、新たなデータは保存されません。

WARNING 105 **Analog out data loss（アナログ出力データ消失）**

考えられる原因 : メインボード故障。
供給電源不良（めったに起こらない）。

GC アナログプロセッサが正常に作動していません。若干のアナログデータが失われます、しかしデジタルデータは損なわれていません。

WARNING 106 **Data loss（データ消失）**

考えられる原因 : メインボード故障。
供給電源不良（めったに起こらない）。

GC デジタルプロセッサが正常に作動していません。アナログデータとデジタルデータの両方が失われます。

WARNING 107 **Det config changed（検出器のコンフィグが変更された）**
WARNING 109 **Inlet config changed（注入口のコンフィグが変更された）**
WARNING 111 **Column config changed（カラムのコンフィグが変更された）**
WARNING 113 **Aux 3 config changed（Aux 3 のコンフィグが変更された）**
WARNING 114 **Aux 4 config changed（Aux 4 のコンフィグが変更された）**
WARNING 115 **Aux 5 config changed（Aux 5 のコンフィグが変更された）**

考えられる原因 : GC に新しい検出器 / 注入口 / カラム / 補助 EPC モジュールがある。
GC の検出器 / 注入口 / カラム / 補助 EPC モジュールがメソッドの内容と一致していません。

異なった検出器 / 注入口 / カラム / 補助 EPC モジュールが取り付けられたか、新たに読み込まれたメソッドが既存のものと異なった検出器 / 注入口 / カラム / 補助 EPC モジュールを使用していたため、メソッドはデフォルトの検出器 / 注入口 / カラム / 補助 EPC モジュールに変更されました。

新しい検出器 / 注入口 / カラム / 補助 EPC モジュールを取り付けた場合は、GC は新たな種類に対してデフォルトの設定値となります。

メソッドが異なった検出器 / 注入口 / カラム / 補助 EPC モジュールを使用している場合は、メソッドは変更されず、警告メッセージが点滅します。

WARNING 116 **Run log full（ランログが満杯）**

ランログには、50 までの情報項目を保持できます。項目数がこの値に達すると、このメッセージが表示されます。

WARNING 117 **Inlet calib deleted（注入口キャリブレーションが削除された）**
WARNING 119 **Det calib deleted（検出器キャリブレーションが削除された）**
WARNING 121 **Aux calib deleted（Aux キャリブレーションが削除された）**

考えられる原因 : リキャリブレーション中に電源が切れた。

新しいフローモジュールキャリブレーションが入力されているとき、リキャリブレーションが完全に終わる前に、GC がクラッシュしたか、電源が切られました。装置を再度 ON にするとこの警告が表示されます。

モジュールのキャリブレーションはデフォルトに戻ります。キャリブレーションをやり直します。

WARNING 128 **Inlet flow cal failed（注入口の流量キャリブレーションに失敗）**

考えられる原因 : フローモジュールが壊れているか漏れがある。

注入口のフローセンサオフセットの自動キャリブレーションで試みられた値が、許容されたキャリブレーション範囲を超えました。前回のキャリブレーション設定値はメモリに残っています。

WARNING 130 **Aux cryo disabled（Aux の冷却が無効となった）**

考えられる原因 : 注入口の冷却バルブかバルブボックスの取り付けが間違っています。

注入口の冷却バルブは、補助過熱ゾーン 1 でも使用されています。バルブは無効になります。

WARNING 146 **Memory reset（メモリがリセットされた）**

考えられる原因 : メインボードバッテリの故障。
GC のファームウェアが更新された。

すべての GC メソッド、ランログ、ログブックはバッテリーでバックアップされた GC メモリに保存されています。もしバックアップバッテリが故障して電源を OFF にすると、このデータは失われます。そして次回 GC を ON にしたとき、この警告が表示されます。GC ファームウェアを更新する場合も、これらのデータは更新の際に消去され、再起動したとき、この警告が表示されます。

WARNING 901 **GC firmware**

考えられる原因 : GC ファームウェアリビジョンが A.01.xx のままで、パージ付き充填カラム注入口が取り付けられています。

パージ付き充填カラム注入口が検出されましたが、GC ファームウェアリビジョンが古く、この新しい注入口をサポートしていません。Agilent Technologies に連絡して GC ファームウェアを更新してください。バージョン A.02.00 またはそれ以降が必要です。

Sequence warning メッセージ

Autoinject aborted（自動注入は中断されました）

考えられる原因 : インジェクタシーケンスは分析中または注入中に中断されました。他のメッセージで理由が説明されます。

Bottle # out of range（ボトルの数が範囲外です）

考えられる原因 : Last Vial パラメータが正しくない。
メソッドに適さないタレットが取り付けられている。
タレットを交換したが、アライメント調整がされていない。

メソッドの中で指定されているバイアル番号が取り付けられているタレットにないため、GC はそのバイアルを検出できませんでした。このメッセージは、タレットタイプを変更した後、アライメント調整の手順を行っていない場合に表示されます。

Incomplete injection（不完全な注入）

考えられる原因 : シリンジニードルが曲がっている。
プランジャかシリンジキャリッジの不具合。

インジェクタシリンジキャリッジはニードルが完全に注入口に挿入される位置に達しませんでした。注入は完了できませんでした、またはサンプルの若干は逃げているかもしれません。

Inj door or mounting（インジェクタのドアまたは装着）

考えられる原因 : インジェクタのドアが開いている。
インジェクタが GC の上に正しく装着されていない。
インジェクタの安全スイッチが壊れている。

注入ルーチンの実行中、インジェクタのドアが開けられたり、インジェクタが GC ポストに正しく装着されていないと安全上の理由によりインジェクタは停止します。

Injector comm error（インジェクタ通信エラー）

考えられる原因 : インジェクタボード故障。

シーケンス中の注入で、GC はインジェクタと通信できなくなりました。

Injector not aligned（インジェクタがアライメント調整されていません）

考えられる原因 : アライメント調整の手順が正常に完了していない。

6850 自動液体サンプラのタレットを交換した後、アライメント手順が行われていません。

Injector reset（インジェクタはリセットされた）

インジェクタへの電源が中断された。

考えられる原因 : インジェクタケーブル（最もありそうな原因）。
インジェクタパワーサプライ不良。
GC のメインボードまたは AC ボード。

インジェクタがリセットされると、シーケンスは中断されます。

Invalid sequence（無効なシーケンス）

考えられる原因 : シーケンスが誤った注入デバイス用にセットアップされている。
シーケンスで要求されるハードウェアが取り付けられていないかコンフィグレーションされていない。
GC コンフィギュレーションがシーケンスの実行中に変更された。
ケーブルまたは接続の不良。

シーケンスタイプが現在の GC コンフィグレーションに一致していません。読み込まれたシーケンスはバルブかインジェクタを使用します、そして該当するバルブあるいはインジェクタがもはや存在しないか、コンフィグレーションされていません。

No injector（インジェクタがありません）

考えられる原因 : インジェクタケーブルが不良であるか正しく接続されていない。
GC ボードまたはインジェクタボードが壊れている。

分析を開始した後で、GC はもうインジェクタを発見できませんでした。インジェクタケーブルがしっかりと GC に接続されていないか、電子回路ボードが不良であるかのどちらかです。

Plunger error（プランジャエラー）

考えられる原因 : シリンジプランジャがくっついている。
プランジャソレノイドが壊れている。
プランジャキャリアエンコーダが壊れている。

インジェクタはプランジャの動きを追跡します。プランジャが期待どおり動かないか、プランジャの位置を見つけることができないとインジェクタが判断すると、このエラーが起こります。

Prerun ＞ 10 min（Prerun が 10 分を超えた）

考えられる原因 : GC がレディになっていない。ノットレディまたは原因に関する他のメッセージを確認します。

注入をしている間に、GC がノットレディになり、インジェクタはそこで停止しました。10 分以内にレディにならない場合、インジェクタはエラーを報告し、シーケンスは中断します。

Sampler error（サンプラエラー）

考えられる原因 : サンプラエレクトロニクスが壊れている。

サンプラは文書化されていない理由のために正しく機能できませんでした。コントロールモジュールエラーメッセージで示されるコード番号を記録します。もし問題が持続するなら、Agilent Technologies と連絡を取って、エラー番号を報告します。

Sequence aborted（シーケンスがアボートした）

シーケンスは分析または注入の途中で中断されました。他のメッセージで理由が説明されます。

Seq method load err（Seq メソッド読み込みエラー）

考えられる原因 : メソッドが壊れているか削除された。
メソッドミスマッチエラーが発生した。

シーケンス中で呼ばれる各メソッドは、エラーなしに読み込むことができなくてはなりません。

Syringe error（シリンジエラー）

考えられる原因 : シリンジキャリッジモーターが壊れている。
シリンジが適切に取り付けられていない。
シリンジタイプが間違っている。
シリンジキャリッジセンサが壊れている。

シリンジキャリッジはその動作を完了できませんでした。最初にシリンジをチェックします。ニードルが曲がっていれば、シリンジを交換するか、ニードルをまっすぐに直します。シリンジがインジェクタで要求される寸法仕様に一致していることを確認します。他の問題について、インジェクタのマニュアルを参照してください。

Turret error（タレットエラー）

考えられる原因 : 何かがタレットの回転を妨害しました。
インジェクタタレットモーターかエンコーダアセンブリが壊れている。
タレットタイプを別のタイプに交換したが再度アライメント調整をしていない。
タレットが外れている。

インジェクタはタレットの動きを追跡しています、そして期待されるようにタレットが動いていなかったと判断しました。

サービス警告メッセージ

WARNING 500　Change septum（セプタムの交換）

セプタムのサービス制限（注入回数）に達しました。正常なパフォーマンスを保つため、セプタムを交換する準備ができたときに、コントロールモジュールを使用して、Status/ Service/ Start Service を表示します。

- この警告が表示されたときでも、GC はランを開始します。
- サービス制限を変更する、またはオフにするには、Staus/ Service/Service Limits を表示します。

WARNING 501　Change liner（ライナーの交換）

ライナーのサービス制限（注入回数）に達しました。正常なパフォーマンスを保つため、ライナーを交換する準備ができたときに、コントロールモジュールを使用して、Status/ Service/ Start Service を表示します。

- この警告が表示されたときでも、GC はランを開始します。
- サービス制限を変更する、またはオフにするには、Staus/ Service/Service Limits を表示します。

WARNING 502　Service syringe（シリンジの保守）

シリンジのサービス制限（注入回数）に達しました。正常なパフォーマンスを保つため、シリンジを保守する準備ができたときに、コントロールモジュールを使用して Staus/ Service/ Start Service を表示します。

- この警告が表示されたときでも、GC はランを開始します。
- サービス制限を変更する、またはオフにするには、Staus/ Service/Service Limits を表示します。

WARNING 503　Service column（カラムの保守）

カラムのサービス制限（注入回数）に達しました。正常なパフォーマンスを保つため、カラムを保守する準備ができたときに、コントロールモジュールを使用して、Status/ Service/ Start Service/ を表示します。

- この警告が表示されたときでも、GC はランを開始します。
- サービス制限を変更する、またはオフにするには、Staus/ Service/Service Limits を表示します。

Shutdown メッセージ

SHUTDOWN 1　Oven shut off（オーブンをシャットオフした）

シャットダウンをクリアするには、GC をいったん OFF にして

再度 ON にします。または、オーブンの設定温度を変更します。

考えられる原因 : オーブンフラップを調べます。もしオーブンフラップが完全に、または部分的に開いていて固定されたままなら、それは正常に作動していません。正常な使用状態では、フラップ完全に開くか、完全に閉じています。
オーブンリッドは閉まっているが、ラッチが掛かっていない。
メインボード故障。
ヒーターが壊れている。

オーブンを設定温度に保つために要する電力が、その温度で予想される電力を超えています。オーブンはシャットオフされ、冷却のためフラップが途中まで開きます。

SHUTDOWN 2 **Oven cryo shut off（オーブン冷媒冷却をシャットオフした）**

シャットダウンをクリアするには、GC を一旦 OFF にして再度 ON にします。または、オーブンの設定温度を変更します。

考えられる原因 : クライオタイムアウト：タイムアウトの設定値をチェックします。
クライオフォールト：冷媒の供給を調べます冷媒バルブ不良。

クライオシャットダウンは、GC が分析を開始できないとき、冷媒の無駄な消費を節約します。冷媒冷却システムは正常に作動しているかもしれません。オーブンが設定温度に達する前に、指定したクライオタイムアウトが時間切れになれば、クライオタイムアウトが起こります。もしクライオ冷却が 16 分以上実行され、しかしオーブンがその設定温度に到達できないと、クライオフォールトが起こります。

SHUTDOWN 3 **Inlet pressure（注入口圧力）**

SHUTDOWN 4 **Inlet flow（注入口流量）**

考えられる原因 : ガスの供給源圧力が低すぎる。
大きな漏れがあるか、カラムが折れているか、カラムが詰まっている。
ガスセーバーの流量設定値が小さすぎるため、高いカラム圧力が得られない。
使用するカラムに対して流量の設定が少なすぎる。
注入口フローモジュールが壊れているか汚染されている。
スプリット比が低すぎる。

Shutdown 3. 注入口は 5.5 分以内にその圧力設定値に達することができないか、その圧力設定値を維持できませんでした注入口の流路はパージモードになり、注入口が設定圧力に達するまで装置はノットレディ状態になります。

Shutdown 4. 注入口は 2 分以内にその流量設定値に達することができないか、その流量設定値を維持できませんでした問題が解決され、流量が設定値に達するまで装置はノットレディ状態になります。

SHUTDOWN 7 **Det H_2 gas pressure（検出器 H_2 ガス圧力）**

SHUTDOWN 8 **Det air/ref pressure（検出器空気 / リファレンス圧力）**

SHUTDOWN 9 **Det makeup pressure（検出器メークアップ圧力）**

SHUTDOWN 13 **Aux 3 pressure（Aux 3 圧力）**
SHUTDOWN 14 **Aux 4 pressure（Aux 4 圧力）**
SHUTDOWN 15 **Aux 5 pressure（Aux 5 圧力）**

シャットダウンをクリアするには、問題を解決し、検出器または補助フローモジュールのガスが圧力設定値に達するようにします。

考えられる原因 : ガスの供給源圧力が低すぎる。
システム（カラムを含めて）に漏れがある。
検出器または補助フローマニホールドが壊れている。

Shutdown 7. 検出器の水素ガスは指定された 2 分以内にその圧力設定値に達することができないか、その圧力設定値を維持できませんでした。

Shutdown 8. 検出器の空気 / リファレンスガスはその圧力設定値に達することができないか、その圧力設定値を維持できませんでした。

Shutdown 9. 検出器のメークアップガスはその圧力設定値に達することができないか、その圧力設定値を維持できませんでした。

Shutdown 13 - 15. 補助 EPC ガスはその圧力設定値に達することができないか、その圧力設定値を維持できませんでした。

検出器ガスはシャットオフされ、問題が解決され、検出器が圧力の設定値に達するまで、装置はノットレディ状態になります。

SHUTDOWN 16 **Valve 2 not switching（バルブ 2 は切替わっていない）**

シャットダウンをクリアするには、新たな設定値を入力します。

考えられる原因 : バルブが接続されていない。
バルブがくっついている。
バルブのスピードに対して切替え時間が短すぎる。
バルブの回転が滑らかでない、またはサンプルの粘性が高すぎる。

マルチポジションバルブはバルブの切替を 2 回試みますが、切替らない場合は、バルブをシャットダウンし、ノットレディ（セットポジションにない）になります。

SHUTDOWN 17 **Valve 2 setpt error（バルブ 2 設定値エラー）**

シャットダウンをクリアするには、新たな設定値を入力します。

考えられる原因 : 入力されたバルブポジションは、バルブがサポートする値よりも大きすぎます。
Invert BCD の設定値が間違っています。たいていのバルブでは、Invert は ON です。BCD 設定値が既に ON になっていれば、OFF にします。

マルチポジションバルブを間違ったポジションに切替えるか、バルブが設定したポジションに切替えることができない場合です。切替らない場合は、バルブをシャットダウンし、ノットレディ（セットポジションにない）になります。

SHUTDOWN 18 **Inlet cryo shut off（注入口クライオをシャットオフした）**

シャットダウンをクリアするには、そのゾーンをいったん OFF にして再度 ON にします。または、オーブンの設定温度を変更します。

考えられる原因 : クライオタイムアウトタイムアウトの設定値を確認します。
クライオフォールト：冷媒の供給を調べます冷媒バルブ不良。

クライオシャットダウンは、GC が分析を開始できないとき、冷媒の無駄な消費を節約します。冷媒冷却システムは正常に作動しているかもしれません。オーブンが設定温度に達する前に、指定したクライオタイムアウトが時間切れになれば、クライオタイムアウトが起こります。もしクライオ冷却が 16 分以上実行され、しかしオーブンがその設定温度に到達できないと、クライオフォールトが起こります。

SHUTDOWN 22 **Inlet heating slow（注入口の加熱が遅い）**

シャットダウンをクリアするには、注入口のゾーンの加熱を OFF にしてそれから ON にします、または、設定温度を変更します。

考えられる原因 : センサが壊れている。
ヒーターが壊れている。

注入口のヒーターは所定の時間フルで加熱し、注入口が設定温度に達しない場合です。注入口加熱ゾーンはシャットダウンし、装置はノットレディ状態になります。

Fault メッセージ

FAULT 201 **Pneumatics control（ガス流路系コントロール）**

考えられる原因 : メインボード故障。

メインボードは正常に機能していません。ガス流路系はシャットダウンされます。

FAULT 202 **H_2 safety shutdown（H_2 安全シャットダウン）**

フォールトをクリアするには、GC を OFF にし、再度 ON にします。

考えられる原因 : システム水素の供給ガス圧力が低いか、圧力がない。
システムに漏れがある（供給ライン、取入れ口、検出器、カラム）。
カラムが折れている。
ガス取入れロマニホールドが壊れている。

GC は所定の時間内に水素圧力の設定値に達することができませんでした。水素が漏れていると爆発の危険があるため、GC 全体をシャットダウンしました。装置は連続的にビープを鳴らします（止めるには Stop を押します）。オーブンは、フ

ラップを半分開いてシャットオフしファンを約 3 秒間回転します。カラム流量は止められます。

FAULT 203 **Signal DSP faulty（Signal DSP に支障）**
FAULT 204 **Sig DSP ROM error（Sig DSP ROM エラー）**
FAULT 205 **Sig DSP RAM error（Sig DSP RAM エラー）**
FAULT 206 **Sig DSP registers（Sig DSP レジスタ）**
FAULT 207 **Sig DSP data corrupt（Sig DSP データが破壊）**

考えられる原因 : メインボード故障。

GC シグナル処理回路が正しく機能していません。これはメインボードが壊れていることを示します。シグナルパスが働いていません。

装置を OFF にして、少なくとも 1 回 ON にしてみます。もしエラーがまだ起こるなら、メインボードが壊れています。

FAULT 208 **0-1mV signal path fail（0 1mV シグナルパス不良）**
FAULT 210 **Analog out path fail（アナログアウトパス不良）**

考えられる原因 : メインボード故障。

フォールト 208. - アナログレコーダに送られる 0 ～ 1 mV 出力のシグナルが許容範囲を外れています GC はレディになりません。

フォールト 210. - インテグレータに送られる 1 V 出力のシグナルが許容範囲を外れています GC はレディになりません。

装置を OFF にして、少なくとも 1 回 ON にしてみます。もしエラーがまだ起こるなら、メインボードが壊れています。

FAULT 212 **Det electrometer（検出器エレクトロメータ）**

考えられる原因 : 検出器と検出器ボードのケーブル接続不良。
エレクトロメータが壊れている。
検出器ボードが壊れている。

検出器の内側にあるエレクトロメータは、検出器からのシグナルを測定し増幅します。増幅されたシグナルは検出器ボードに送られ、デジタルに変換します。エレクトロメータが規格外だと、検出器はレディ状態になりません。

FAULT 214 **Detector flame out（検出器の炎が消えた）**

考えられる原因 水素または空気が OFF になった。
水素または空気の流量が少なすぎる。
水素または空気の流量が少なすぎる。
検出器のカラム取付け付近に漏れがある。
取り付けられたカラムにジェットが適していない。

FID または FPD は点火することができないか、分析中に炎が消えました。検出器は点火しようと数回試みますが、点火できない場合は、水素、空気とイグナイタを止めフォールトメッセージを表示します。検出器はノットレディ状態になります。

FAULT 216 **TCD filament open（TCD フィラメントが開いている）**

考えられる原因 : 検出器からのワイヤが検出器ボードに正しく接続されていない。
ΔPRT が損傷している。
TCD セルが壊れている。

TCD フィラメントブリッジ電圧はフィラメントの抵抗が高すぎることを示します。フィラメントが切れているか、寿命により消耗しています。または、TCD からのワイヤが検出器ボードに接続されていないか、ΔPRT がショートしています。この状態が修復されるまで、検出器はノットレディ状態になります。

FAULT 218 **TCD filament short（TCD フィラメントが短絡）**

考えられる原因 : 検出器からのワイヤが検出器ボードに正しく接続されていない。
TCD セルが壊れている。

フィラメントの抵抗が小さすぎます。これはフィラメントの摩耗や弛みにより起こります。または、TCD ワイヤが検出器ボードに正しく接続されていないか、互いに短絡しているか、ΔPRT ワイヤが検出器ボードに正しく接続されていない場合に起こります。この状態が修復されるまで、検出器はノットレディ状態になります。

FAULT 220 **Heater overcurrent（ヒーター過電流）**

エラーメッセージをクリアするには、すべての加熱ゾーンを OFF にし、GC を OFF にして、再び ON にします。

考えられる原因 : ヒーターがショートしている。
メインボード故障。
ヒーターが間違っている（ヒーター電力が 70W を超えている）。

小型加熱ゾーンのどれかのヒーターが過電流安全回路を始動させました。どれかのヒーターがショートしています、または加熱ゾーンの回路が壊れています。このエラーはオーブンでのヒーターには関係していません。小型加熱ゾーンへの電力供給は無効になります。

FAULT 221 **Thermal shutdown（熱暴走）**

フォールトをクリアするには、GC を OFF にし、再度 ON にします。

考えられる原因 : メインボード故障。
温度センサがショートしている。
ヒーターがショートしている。
ヒーターが間違っている（ヒーター電力が 70W を超えている）。

サーマルシャットダウンフォールトはオーブンと他の加熱ゾーン（注入口、検出器、aux）への電力供給を無効にします。GC はノットレディになります。

FAULT 222 **Oven temp too hot（オーブン温度が高すぎる）**

考えられる原因 : オーブン温度センサが壊れている。
メインボード故障。

オーブン温度の読みはオーブンがその最高許容温度に 25 xb℃を加えた値を超えていることを示しています。オーブンと他の加熱ゾーンへの電源がシャットダウンされます。GC はノットレディになります。

オーブンセンサが壊れているかどうか決定するために、その抵抗をテストします。もしセンサが正確に作動しているなら、その抵抗は 100 オームでしょう（より大きな値はセンサが壊れていることを示します）。

FAULT 223　Oven temp too cool（オーブン温度が低すぎる）

エラーメッセージをクリアするには、すべての加熱ゾーンを OFF にし、GC を OFF にして、再び ON にします。

考えられる原因 :　クライオバルブが開きっぱなしになっている。
オーブンセンサがショートしている。

オーブン温度の読みはオーブンがその最低許容温度より低いことを示しています。小型加熱ゾーンへの電力供給は無効になります。

FAULT 224　Oven sensor shorted（オーブンセンサが短絡）

考えられる原因 :　オーブンセンサが（短絡）壊れている。

オーブン温度の読みが低すぎます、これはオーブンセンサの短絡を示します。すべての加熱ゾーンへの電力供給は止められます。

FAULT 225　Det temp too hot（検出器温度が高すぎる）

メッセージをクリアするには、すべての加熱ゾーンを OFF にして、再び ON にします。

考えられる原因 :　検出器の中にあるセンサが壊れている。
メインボード故障。

検出器の温度が最高許容温度（検出器タイプ最高温度に 25 xb℃を加えた値）を超えています。すべての加熱ゾーンへの電力供給は止められます。

FAULT 226　Detector temp sensor（検出器温度センサ）

考えられる原因 :　検出器の中にあるセンサが壊れている。

検出器の温度が予想される値より低くなります。これはセンサの短絡を示します。検出器への電力供給は止められます。

FAULT 229　Inlet temp too hot（注入口の温度が高すぎる）

メッセージをクリアするには、すべての加熱ゾーンを OFF にして、再び ON にします。

考えられる原因 :　注入口ヒーターが壊れている。
メインボード故障。

注入口の温度が最高許容温度（注入口タイプ最高温度に 25 xb ℃を加えた値）を超えています。すべての加熱ゾーンとオーブンへの電力供給は止められます。

FAULT 230　Inlet temp sensor（注入口温度センサ）

考えられる原因 : オーブンセンサが（短絡）壊れている。

注入口の温度が予想される値より低くなります。これはセンサの短絡を示します。注入口への電力供給は止められます。

FAULT 233　Aux temp too hot（Aux 温度が高すぎる）

メッセージをクリアするには、すべての加熱ゾーンを OFF にして、再び ON にします。

考えられる原因 : aux ヒーターが壊れている。
メインボード故障。

aux ゾーンの温度が最高許容温度（検出器タイプ最高温度に 25 xb ℃を加えた値）を超えています。すべての加熱ゾーンとオーブンへの電力供給は止められます。

FAULT 234　Aux temp sensor（Aux 温度センサ）

考えられる原因 : aux 温度センサが壊れている。

Aux 温度ゾーンの検出器の温度が予想される値より低くなります。これはセンサの短絡を示します。Aux 温度ゾーンへの電力供給は止められます。

FAULT 237　No line interrupt（ライン割り込みがない）

考えられる原因 : メインボード故障。

メインボードの上のエレクトロニクスは正常に機能していません。オーブンと他の加熱ゾーンへの電力供給は止められます。GC はレディになりません。

FAULT 238　Bad line interrupts（不良なライン割り込み）

考えられる原因 : 装置への供給電源に過剰なノイズがある。
メインボード故障。

メインボードは GC への供給電源で過剰な量のノイズを検出しました。オーブンと他の加熱ゾーンへの電力供給は止められます。GC はレディになりません。

GC を OFF にして、再び ON にします。供給電源中のノイズが原因であれば、GC は正常に作動します。もしエラーが持続するようなら、メインボードが壊れています。

FAULT 239　No mux ADC response（Mux ADC 応答なし）
FAULT 240　Mux ADC offset value（Mux ADC オフセット値）

考えられる原因 : メインボード故障。

GC の電気シグナルを処理するマルチプレクサが機能していません。おそらく、マルチプレクサの電気回路が壊れています。オーブンと他の加熱ゾーンへの電力供給は止められます。GC

はレディになりません。

FAULT 241 **Invalid line sense（ライン検出無効）**

考えられる原因 : メインボード故障。

メインボード上のライン検出回路はライン電力を正しく測定していません。これは、電源供給が許容範囲にないことを示しているので、加熱ゾーンへの電力供給は止められます。

FAULT 242 **Aux3 faulty fact cal（Aux3 工場出荷キャリブレーション不良）**
FAULT 243 **Aux4 faulty fact cal（Aux4 工場出荷キャリブレーション不良）**
FAULT 244 **Aux5 faulty fact cal（Aux5 工場出荷キャリブレーション不良）**

考えられる原因 : 補助フローモジュールが壊れている。

補助フローモジュールのキャリブレーションが正しくありません。

FAULT 245 **Detector module rev（検出器モジュールリビジョン）**
FAULT 247 **Inlet module rev（注入口モジュールリビジョン）**
FAULT 249 **Aux module revision（Aux モジュールリビジョン）**

考えられる原因 : フローモジュールバージョンは古くなって、GC と互換性がありません。

フローモジュールの EEPROM は GC により認識されません。モジュールは使用不能です。モジュールのバージョンは GC のバージョンと互換性がありません。

FAULT 250 **Wrong det module（間違った検出器モジュール）**
FAULT 252 **Wrong inlet module（間違った注入口モジュール）**
FAULT 254 **Wrong aux module（間違った Aux モジュール）**

考えられる原因 : 検出器 / 注入口 /Aux に間違ったフローモジュールが取付けられている。
検出器 / 注入口 /Aux フローモジュールが壊れている。
フローモジュールのリビジョンが古くなって認識できない。

検出器 / 注入口 /Aux に取り付けられたフローモジュールは使用不能です。モジュールは検出器の正当なフローモジュールとして認識されません。

FAULT 255 **Det invalid type（検出器でタイプが無効）**
FAULT 257 **Inlet invalid type（注入口でタイプが無効）**

考えられる原因 : 検出器 / 注入口に取り付けられたフローモジュールは、この GC でサポートされていません。

検出器 / 注入口フローモジュールのリビジョンは GC に取り付けられているファームウェアでサポートされていません。

FAULT 259 **Det type mismatch（検出器タイプ不一致）**

考えられる原因 : GC 検出器タイプが変更されましたが、そのボードは交換されていません。またはその逆。

検出器フローモジュールのタイプは取付けられている検出器回路ボードと一致していません。

FAULT 262 **Front RS232 failed（フロント RS232 不良）**

FAULT 263 **Back RS232 failed（バック RS232 不良）**
FAULT 264 **Sampler RS232 failed（サンプラ RS232 不良）**
考えられる原因 : メインボード故障

メインボードの上の RS232 通信に不具合があります。GC と他のデバイス間のコミュニケーションが中止されます。

FAULT 265 **Inlet invalid PID（注入口で無効な PID）**
FAULT 267 **Detector invalid PID（検出器で無効な PID）**
FAULT 269 **Pneu aux invalid PID（Pneu Aux で無効な PID）**
考えられる原因 : フローモジュールが壊れている。

GC メインボードは注入口 / 検出器 /Aux フローモジュールキャリブレーションの設定値がもはや有効ではないと判断しました。モジュールは使用不能です。

FAULT 270 **Inlet bad checksum（注入口チェックサム不良）**
FAULT 272 **Detector bad checksum（検出器チェックサム不良）**
FAULT 274 **Pneu aux bad checksum（Pneu Aux チェックサム不良）**
考えられる原因 : フローモジュールが壊れている。

注入口 / 検出器 /Aux フローモジュールのキャリブレーション設定値は範囲外で、有効ではありません。

FAULT 275 **Inlet bad fact cal（注入口工場出荷キャリブレーション不良）**
FAULT 277 **Det bad factory cal（検出器工場出荷キャリブレーション不良）**
FAULT 279 **Pneu aux factory cal（Pneu Aux 工場出荷キャリブレーション不良）**
考えられる原因 : フローモジュールが壊れている。

注入口 / 検出器 /Aux フローモジュールのキャリブレーションが正しくありません。

FAULT 280 **Inlet I/O failure（注入口 I/O 不良）**
FAULT 282 **Det I/O failure（検出器 I/O 不良）**
FAULT 284 **Pneu aux I/O failure（Pneu Aux I/O 不良）**
考えられる原因 : フローモジュールが壊れている。

注入口 / 検出器 /Aux フローモジュールは誤作動しています。GC メインボードはモジュール EEPROM の読み出し / 書き込みができませんでした。

FAULT 289 **Oven fan motor（オーブンファンモーター）**
考えられる原因 : オーブンファンモーターが接続されていない / 見つからない。
オーブンファンモーターが壊れている。
メインボード故障。

第一オーブンファンモーターのコントローラーはフォールトを検出しました。オーブンは安全のためシャットダウンします。

FAULT 290 **Zones not updating（加熱ゾーンが更新されていない）**
考えられる原因 : ファームウェアが壊れている。
メインボード故障。

ひとつまたは複数の加熱ゾーンをコントロールするプログラムが停止しました。加熱ゾーンはコントロールされていないかもしれません。熱暴走を避けるため、すべての加熱ゾーンを停止します。

GC を OFF にし、再度 ON にします。フォールトがまだ残るようなら、GC ファームウェアを更新するか、メインボードを交換します。

FAULT 291 **Duct fan（ダクトファン）**

FAULT 292 **Inlet fan（注入口ファン）**

考えられる原因 : ファンが接続されていない。
ファンが壊れている。
メインボード故障。

起動時に、冷却ファンのコントローラーはフォールトを検出しました。問題が解決され、GC を OFF にし、再度 ON にするまで、GC はノットレディになります。

日常のメンテナンス：一般

このセクションで説明するメンテナンス作業はユーザーによって実施できます。これらの中には高温の表面に接触する作業があります、しかし危険な高電圧に接触する作業はありません。一般的な警告を念のためここで繰り返します。

一般的な警告

6850 GC を使用する際には、以下の安全上の注意に十分留意してください。

GC の内部では多くの部分で危険な高電圧が掛かっています：

GC が電源に接続されていると、電源スイッチを OFF にした状態でも、以下の部分には危険な電圧が掛かっています：

- GC 電源コードから AC 電源までの配線、AC 電源自体、および AC 電源から電源スイッチまでの配線。

GC の電源スイッチが ON になっていると、以下の部分には危険な電圧が掛かっています：

- 装置内にあるすべての電子回路ボード
- これらのボードを接続している内部配線やケーブル
- ヒーター（オーブン、検出器、注入口、バルブボックス）の配線

警告 これらすべての部品はカバーに覆われて遮蔽されています。カバーは定まった位置に正しく取り付けて、危険な電圧に接触する事故が起こらないようにしてください。特に指示のない限り、検出器、注入口、オーブンが ON の状態、または電源コードを挿したままの状態でカバー取り外さないでください。

警告 電源コードの絶縁体が摩耗したり、古くなってきたら、交換する必要があります。ご担当の Agilent サービスエンジニアにご連絡ください。

静電気は GC の電子部品を損傷します

静電気による放電は GC 内部のプリント回路（PC）基板に損傷を与えるおそれがあります。絶対に必要でない限り、こららのボードに触ってはいけません。これらのボードを取り扱う場合は必ず接地したリストストラップを着用し、ボードはその両端を持ってください。

高温の部分が多数あります

稼働中の GC は多くの部分が高温になっており、火傷の危険があります。高温になる部品には以下のものがありますが、この限りではありません :

- 注入口
- オーブンとその内部
- 検出器
- カラムを注入口や検出器に取り付けているカラムナット
- バルブボックス

これらの部分で作業する場合は、GC のその部分を室温まで冷却してから作業してください。より速やかに冷却するには、加熱ゾーンの温度を室温にセットします。設定温度になったら、その部分を OFF にしてください。高温の部品でメンテナンスを実施しなくてはならない場合は、レンチを使用し、手袋を着用してください。メンテナンス作業をする場合は常に、作業の前にできる限り作業部分を冷却しておいてください。

警告 装置の背面で作業をする場合は気を付けてください。冷却中、GC から放出される高温の排気により火傷を負うおそれがあります。

断熱材繊維は刺激性があります

警告 注入口、検出器、バルブボックス、断熱カップ周辺の断熱材は耐火性セラミックファイバーで作られています。ファイバー粒子の吸入による中毒を避けるため、安全のために次のことを行ってください。作業場の換気を行います。長袖の服、手袋、保護メガネ、使い捨ての防塵マスクを着用します。不用になった断熱材は密閉したプラスチック袋に入れて処分します。断熱材を扱う作業を終えたら、低刺激性の石鹸と冷水で手を洗います。

メンテナンススケジュール

装置の表面は、定期的に湿らせた毛羽立たない布で拭いてきれいにします。装置の中に水滴が掛からないよう気を付けてください。

メンテナンスの周期は以下の要因により異なります：

- 使用の頻度
- 注入するサンプルの種類
- マニュアルで注入されているか、自動で注入されているか
- 装置は複数のアプリケーションで使用されているか、専用機として使用されているか
- ほこり、外気温度など、その他の環境による要因

表 23. メンテナンススケジュール

メンテナンス頻度	項目
毎日	セプタム交換、キャリブレーションサンプル分析、カラムナットとライナーの気密をチェック [1]
毎週	ガラスライナーと O リングの交換（可能な場合）
毎月	スプリット / スプリットレス注入口ベントラインとトラップをクリーニング 水素の漏れチェック。ガス供給源からのすべての接続をチェック。注入口およびカラム接続（注入口と検出器）の漏れチェック
3ヶ月毎	ガスボンベの交換 [2]
半年毎	検出器のクリーニング μECD を取り付けている場合には、放射能の拭き取り試験を実施。
毎年	内蔵および外付けのトラップ類やケミカルフィルタの再生または交換

[1] 温度プログラミング分析で Vespel あるいはグラファイト入り Vespel フェラルを使用する場合は非常に重要です

[2] 通常の使用では、A サイズのボンベで 4 台のガスクロマトグラフを、およそ 3 カ月間使用することができます。圧力が 500 psig より低くなったら、ボンベを交換します。

Early maintenance feedback（EMF）

GC の部品で最も頻繁に交換またはサービスが必要なものは、注入口セプタム、カラム、注入口ライナー、およびシリンジの 4 つの部品です。Early Maintenace Feedback（EMF）および G2629A コントロールモジュールを使用して、それぞれの部品の使用度を注入回数によって追跡できます。あらかじめ設定されている注入回数の上限値に達したとき、GC のフロント・ディスプレイに警告メッセージが表示されます。この警告メッセージは、その部品の交換または保守を指示しますが、部品の使用可能状態には影響を及ぼしません。通常通りに GC を使用できます。

GC の保守は、GC がラン / シーケンス中でないときに行います。EMF のセットアップ方法および使用方法の詳細については、『G2629A Control Module user information』を参照してください。

Swagelok 接続

Swagelok 社のコネクタはガスクロマトグラフィーで広く使用されています。この手順によりフィッティング中の死空間と内部ストレスを最小にすることをお勧めます。

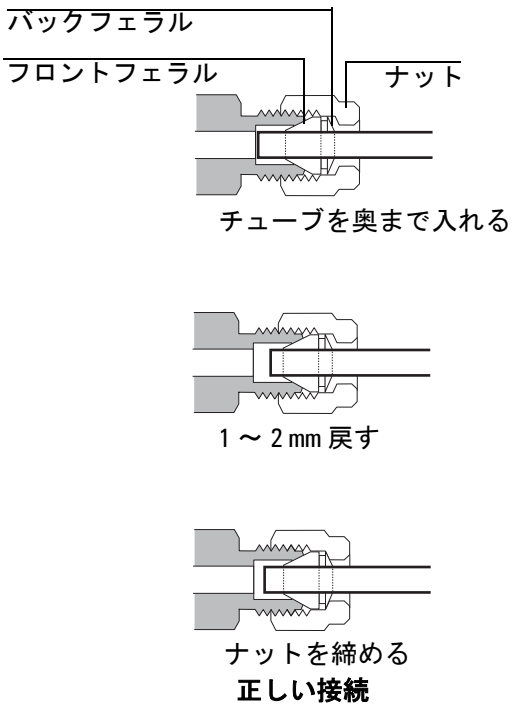


図 14.　Swagelok フィッティング

1. 新しいオスの Swagelok フィッティングを万力に固定します。
2. チューブに新しいナット、バックフェラル、フロントフェラルを通します。

通す順番と向きが正しいことを確認します。

3. 万力に固定したオスのフィッティングに組み立てたチューブを接続して、手でナットを締めます。
4. オスのフィッティングの中にチューブを奥まで差し込み、約 1 ～ 2 mm 引き戻します。
5. チューブの位置をそのままに固定して、レンチを使用してさらにナットを締めます。1/8 インチのチューブでは更に 3/4 回転、1/4 インチのチューブでは更に 1-1/4 回転締めます。

GC 保守作業の準備

コントロールモジュールやケミステーション /Cerity Chemical を使用して設定値を編集できる場合は、作業する部分の加熱ゾーンを OFF にして、それらが冷えるのを待ちます。設定値を編集できない場合は、SERVICE メソッドを読み込みます。

工場出荷デフォルトの SERVICE メソッドでは :

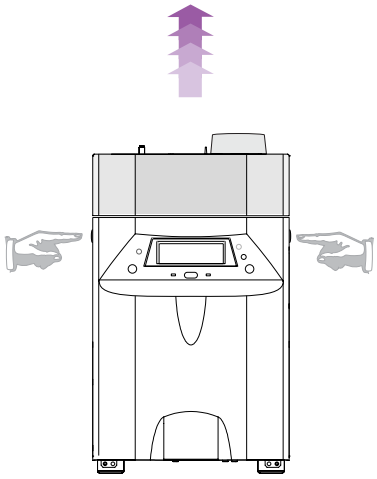
- オーブンの設定値が 35 ℃より大きい場合、設定値を 35 ℃にリセットする。
- 注入口、検出器、補助加熱ヒーターの加熱を OFF にする。
- 冷媒冷却を OFF にする。
- キャリアガスの流量を OFF にする。
- 検出器を OFF にする。

必要に応じて、コントロールモジュールやケミステーション /Cerity Chemical を使用してさらに念入りな SERVICE メソッドを作成することもできます。詳細については、各マニュアルを参照してください。

オーブンを開ける

1. オートインジェクタが取り付けられている場合は、インジェクタを持ち上げてマウンティングポストから外し、机の上（あるいは GC の横に取り付けられているブラケット）に置きます。

2. リッド（オーブン上蓋）のすぐ下にある両側のボタンを押してラッチを外します。

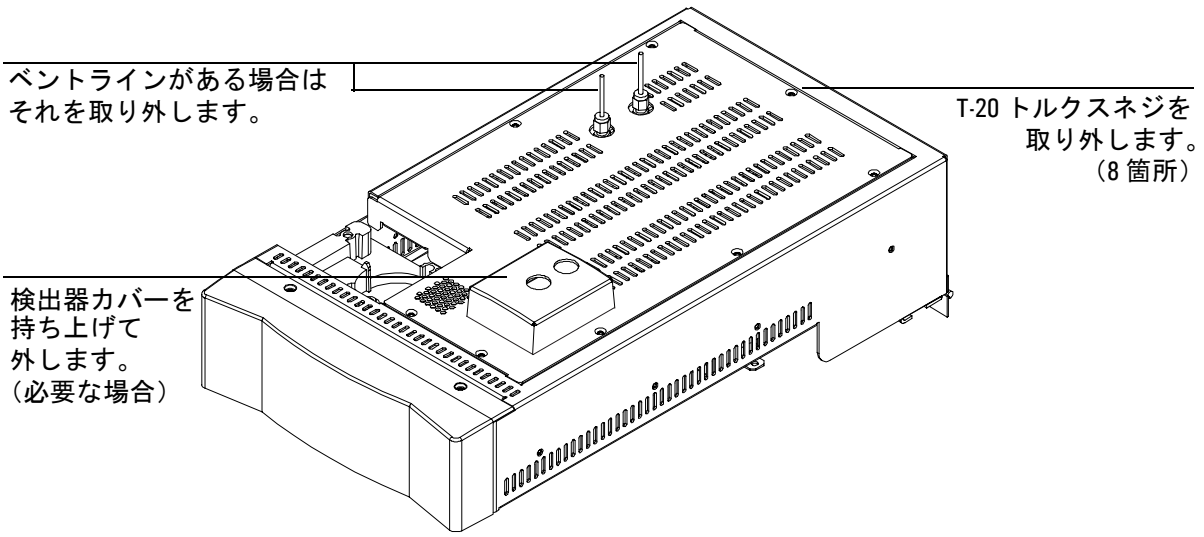


3. リッドを持ち上げます。
4. リッドを閉じるには、前部の両コーナーを下に押して断熱材を圧縮し、ラッチを掛けます。

リッドトップカバーの取り外し

リッドトップカバーを取り外す方法については、図 15 を参照してください。

- FID、μECD、および TCD では、トップカバーの外し方はここに示すとおりです。
- FPD では、リッドの取り外しの妨げになる場合は、プラスチックの排気管を検出器から取り外します。検出器カバー前面の蝶ネジを緩め、リッドを固定している残り 5 つのネジを外します。



バルブボックスアクセサリーを外した状態の FID/TCD/μECD のリッドトップカバー

図 15. リッドトップカバーの取り外し

サンプリングバルブの保守（ダイヤフラム型）

このセクションでは、ダイヤフラム型のサンプリングバルブの日常的な保守について説明します。

ガスサンプリングバルブループとダイヤフラムの交換

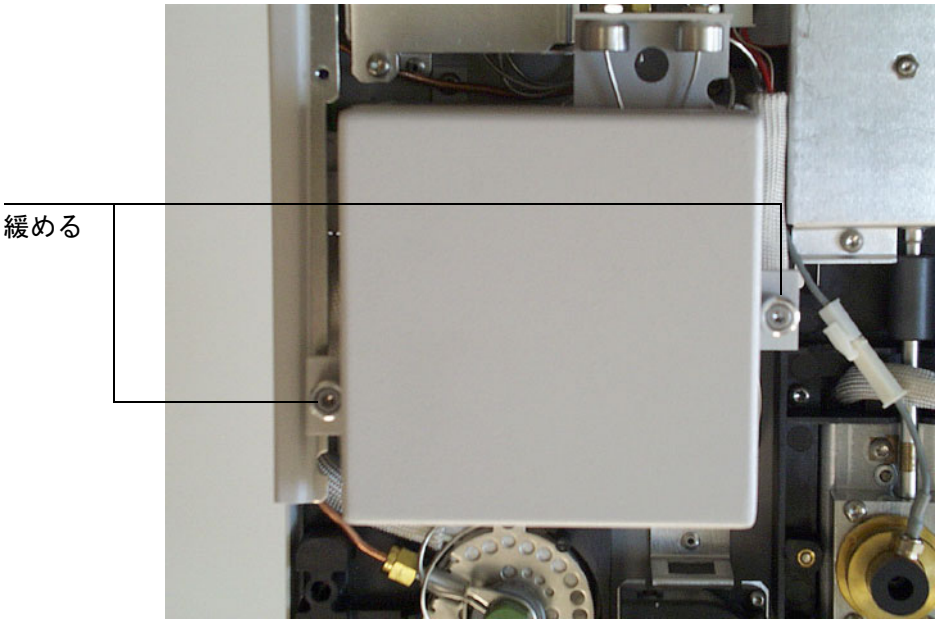
工具類と材料

- 9/64 インチ六角キー（Allen）レンチ
- トルクス（T-10）ドライバ

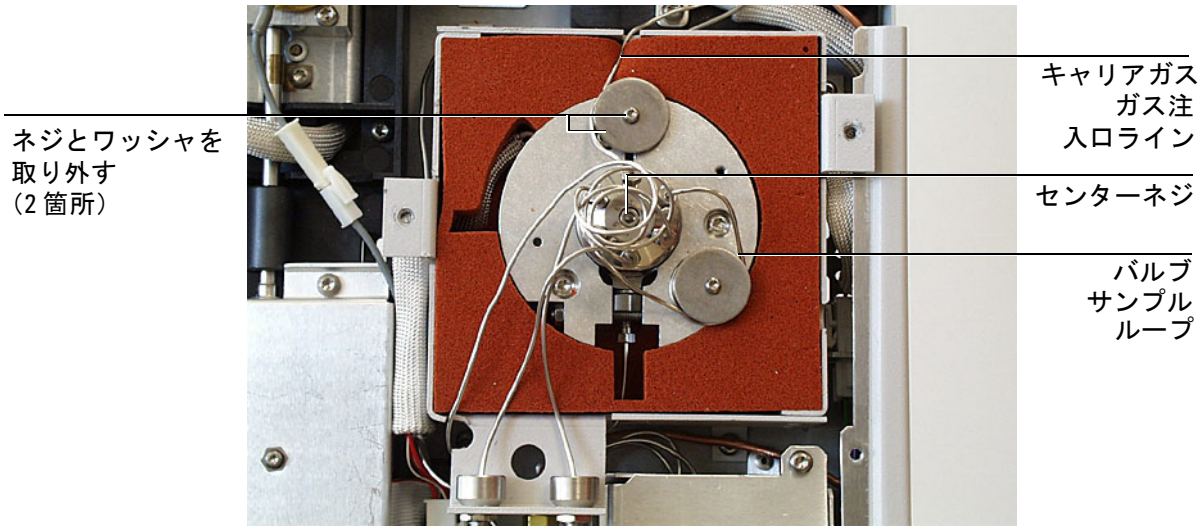
手順

1. SERVICE メソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。
2. ガス供給源のキャリアガスを OFF にします。
3. トップカバーを取り外します。

4. 2 つのバルブボックスカバーつまみネジを緩め、カバーを持ち上げて取り外します。

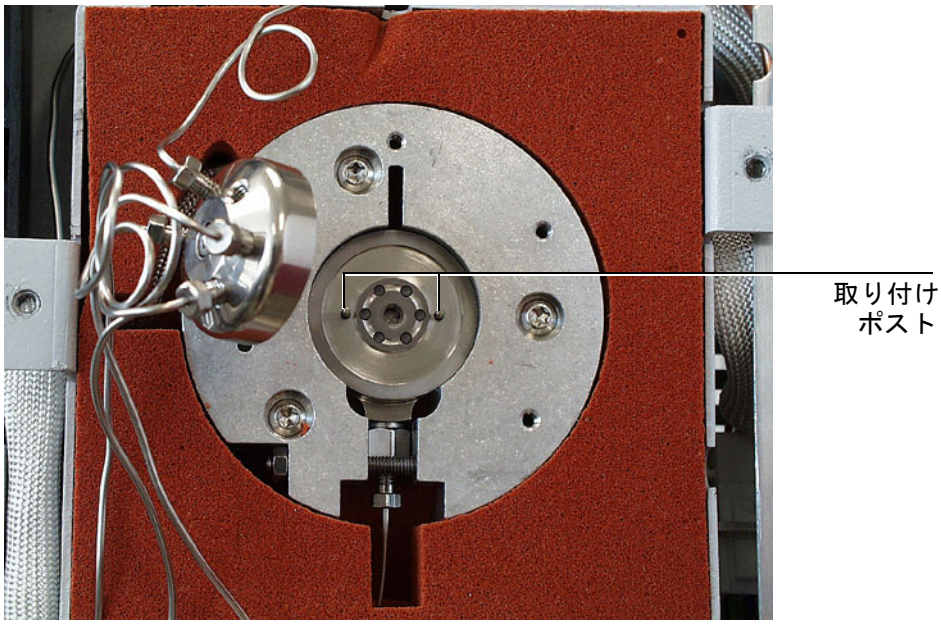


5. バルブサンプルループとキャリアガス注入口ラインを固定している 2 つのネジとワッシャを取り外します。



6. バルブヘッドにあるサンプルループの 2 つの 1/4 インチフィッティングを緩め、ループを装置から取り外します。
7. バルブヘッドのセンターネジを六角キーレンチを使用して緩め、バルブ

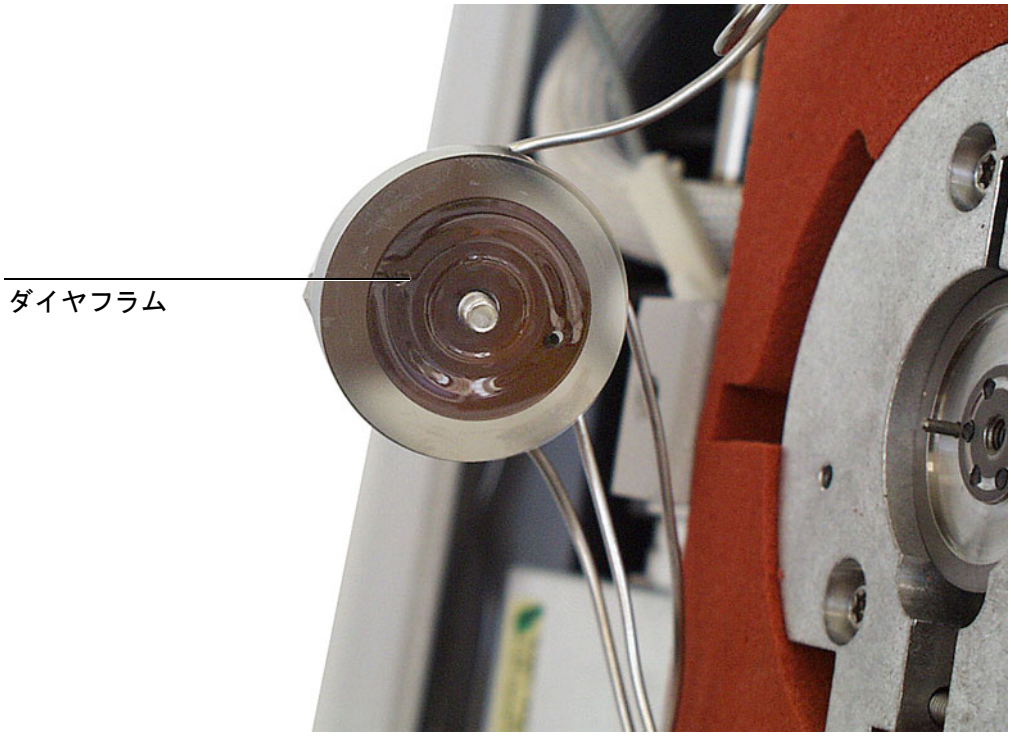
ヘッドを取り外します。



バルブヘッドを取り外したところ

注意 バルブヘッドの表面をこすらないように注意してください。

8. ピンセットを使用してダイヤフラムを剥がします。



9. 新しいダイヤフラムを取り付けポストに位置合わせし、バルブダイヤフラムチャネルがバルブの光沢面の方を向くようにします。
10. センター取り付けネジを使用して、バルブヘッドを取り付けます。
11. キャリアガス注入口ラインとサンプルループを再び取り付けます。
12. バルブボックスをアセンブリの上に置き、2 つのつまみネジを締めます。
13. 漏れがないかチェックします。詳細は、128 ページの「スプリット / スプリットレス注入口の気密漏れテスト」、または 144 ページの「パージ付き充填カラム注入口の漏れテスト」を参照してください。自動テストについては、G2629A コントロールモジュールのマニュアルを参照してください。

液体サンプリングバルブダイヤフラムの交換

106 ページの「ガスサンプリングバルブループとダイヤフラムの交換」を参照してください。

サンプリングバルブの保守（ロータリー型）

ロータリー型のサンプリングバルブ（ガスまたは液体）は、GC によってコントロールされる空気ソレノイドで動作します。汎用バルブの胴の部分にある左（反時計方向、CCW）および右（時計方向、CW）の止め具により、ローターの回転が制限されます。インデックスピンをインデックスリングのどちらかの止め具に近づけたり遠ざけたりすることで、正しい流路が得られます。図 16 を参照してください。ローター表面の溝により、ポート間の経路が形成されます。インデックスピンがあることで、インデックスリングのどちらかの止め具を超えて回転できないようになっています。バルブの各ポートは、インデックスピンがどちらかの止め具の近くにあるか時にだけ溝で接続されます。中間の位置ではフローがバルブを流れなくなり、そのままにすると損傷を与える可能性があります。

バルブ本体

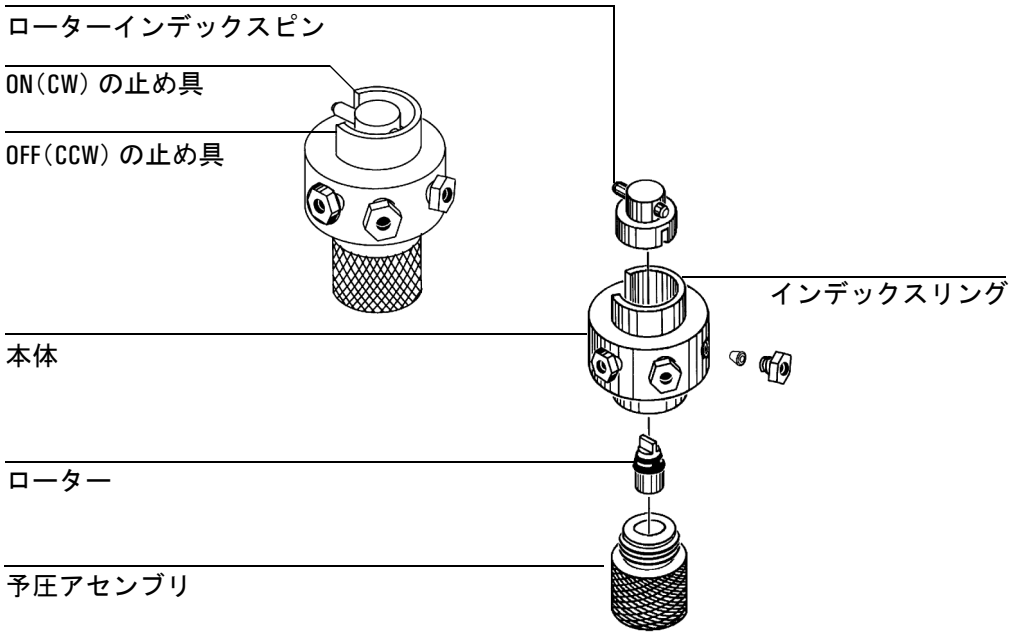


図 16.　典型的な 6 ポートのロータリーバルブ

ローターのアライメントを調整する

一般に、ローターのインデックスピンは CW または CCW の止め具の近くで止まりますが、止め具には接触しません。しかし、バルブが合ったり外れたりする際に、たまにインデックスピンが止め具に当たることがあります。そして、時間とともに止め具が摩耗します。そのためローターとバルブポートのアライメントが狂い、サンプル量の減少、キャリーオーバー、キャリアガス流量の低下といった、フロー上の問題の原因になります。この問題を解決するには、バルブローターのアライメントを再調整します。

1. オーブンとバルブボックスのヒーターを OFF にし、バルブを室温まで冷却します。

   または、SERVICE メソッドを読み込んで、GC が READY になるまで待ちます。
2. コントロールモジュールまたはデータシステムを使用して、バルブを OFF の位置に設定します。
3. バルブアクチュエータへの空気供給を止めて、空気供給管への接続を緩め、アクチュエータの背圧を下げます。圧力が下がったら、供給管をバルブボックスから外します。図 17 を参照してください。

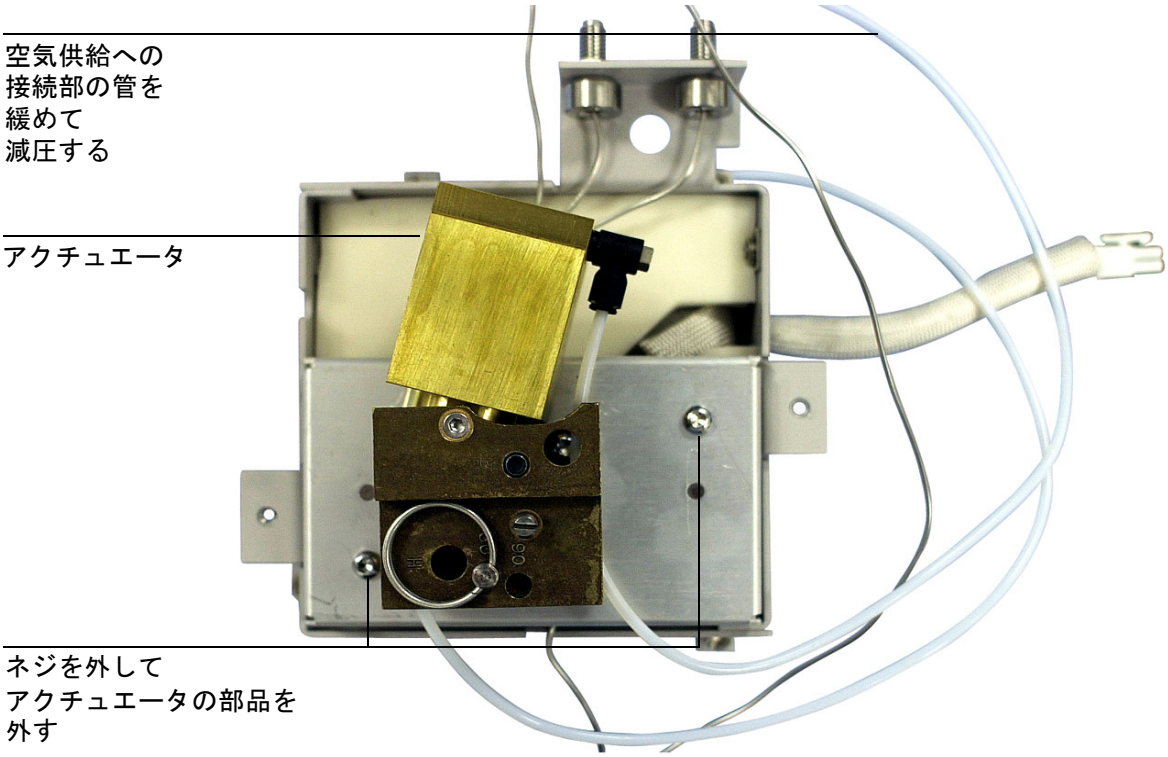


図 17. ロータリーサンプリングバルブのアクチュエータ空気供給

4. 調整止めネジを緩めます。図 18 を参照してください。

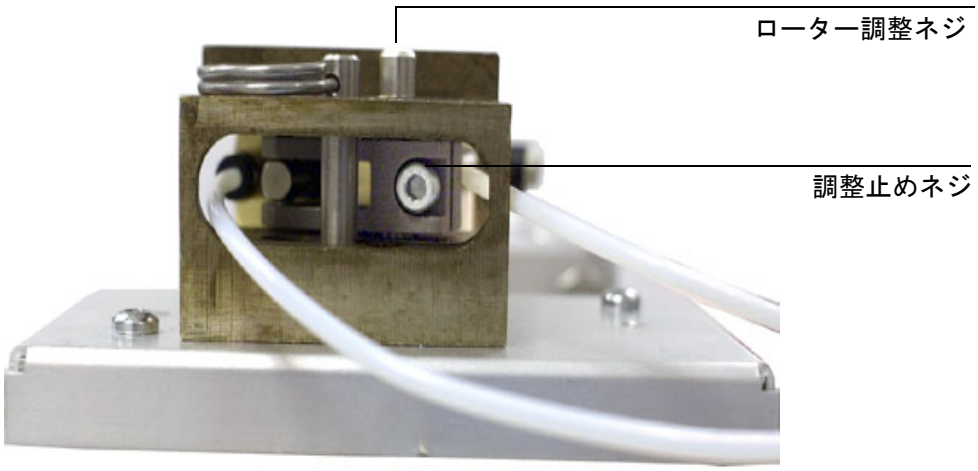


図 18. 調整止めネジ

5. アクチュエータの上部にあるローター調整ネジを探します。マイナスドライバを使用して、止まるまでバルブローターを反時計回りに回し、少しだけ戻します。これにより、ローターの片方の動きが設定されます。図 18 を参照してください。
6. 調整止めネジを締めます。
7. 空気供給を接続して ON にします。
8. コントロールモジュールかデータシステムを使用して、バルブを ON にします。
9. アクチュエータ部品をバルブボックスに固定している 2 本のネジを外し、アクチュエータ部品を取り外します。ローターインデックスピンを調べます。ローターインデックスピンは、時計回りいっぱいに回った状態で、止め具には触れていないことが必要です。
10. バルブボックスを組み立て直します。

バルブローターを元に戻す

6850 ロータリーバルブで使用できるローターには 2 種類あります（図 16 を参照してください）。ローターの種類は色で判別できます。

- オフホワイトのローターは PTFE の合成物でできており、室温から 200 ℃まで使用できます。
- 黒いローターはポリイミドでできており、100 ～ 350 ℃で使用できます。

ローターが摩耗して漏れがある場合、またはローターの交換が必要な化合物を分析する場合には、以下の手順でローターを交換してください。

1. オーブンとバルブボックスの過熱ゾーンを OFF にし、バルブを室温まで冷却します。

   または、SERVICE メソッドを読み込んで、GC が READY になるまで待ちます。
2. キャリアガスとサンプルラインフローを止めて、バルブの背圧を下げます。
3. バルブボックスのカバーを外します。
4. アクチュエータ部品をバルブボックスに固定している 2 本のネジを外し、アクチュエータをバルブ本体から持ち上げます。図 19 を参照してください。

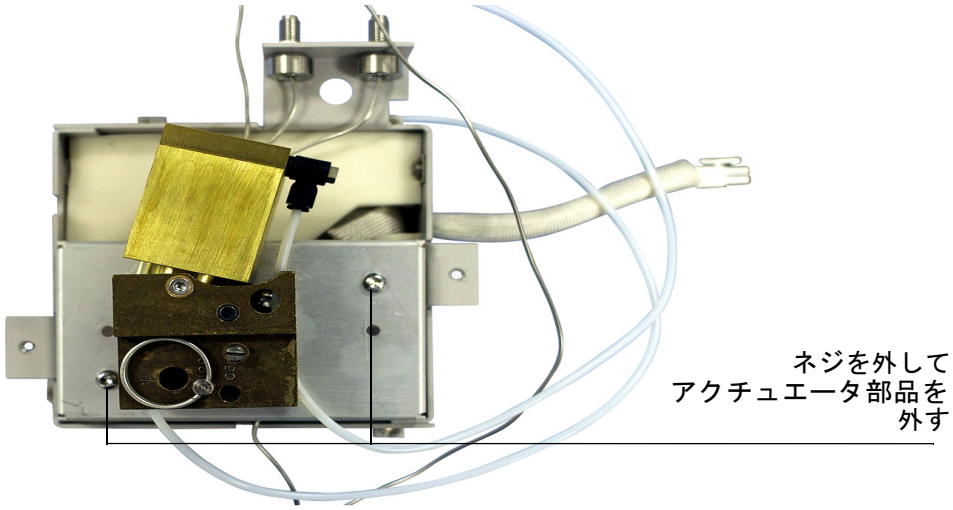


図 19. バルブボックスからバルブアクチュエータ部品を外す

5. バルブをバルブボックスから持ち上げ、予圧アセンブリをバルブ本体から外します。図 16 および図 20 を参照してください。

   漏れが発生するのを防ぐため、接続された管を外さずにこの手順を実行してください。

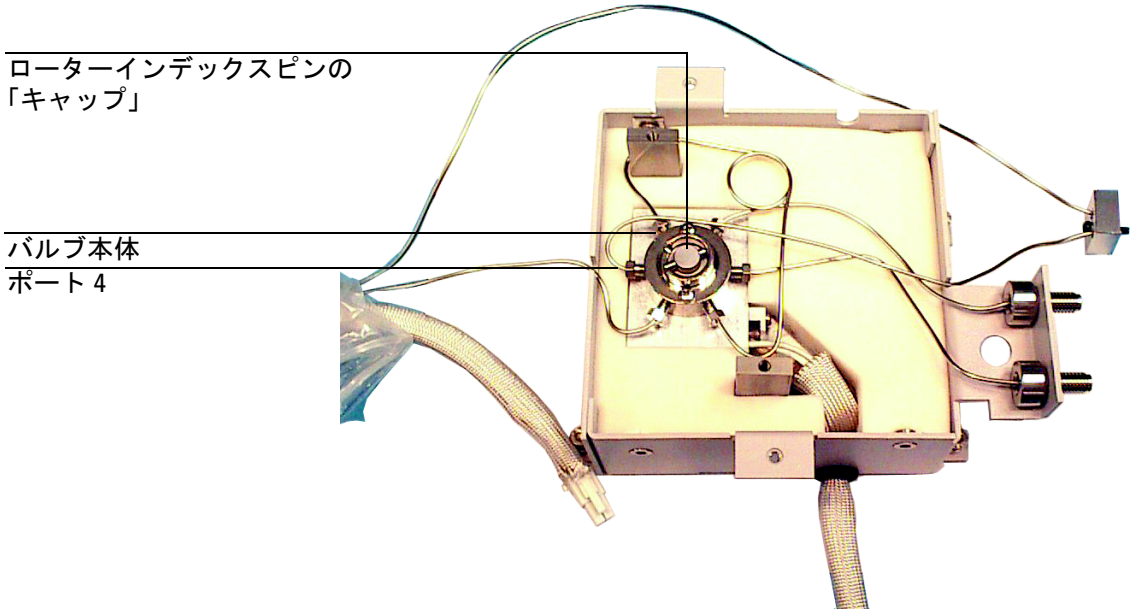


図 20. バルブボックス内のバルブ本体

6. バルブ本体からインデックスピンの「キャップ」を外し、バルブローターの上部が見えるようにします。
7. ローターを下に押して、バルブ本体から抜き取ります。この作業には、かなりの力を入れる必要があることがあります。

注意 バルブローターは、きれいに磨かれた円錐形の面に載っています。この面に傷を付けないようにしてください。

8. 新しいローターを底面から取り付け、ローター上部に書いてある文字がポート 4 のすぐ近くにくるようにします（インデックスリングの隙間を指すようにする）。図 21 を参照してください。

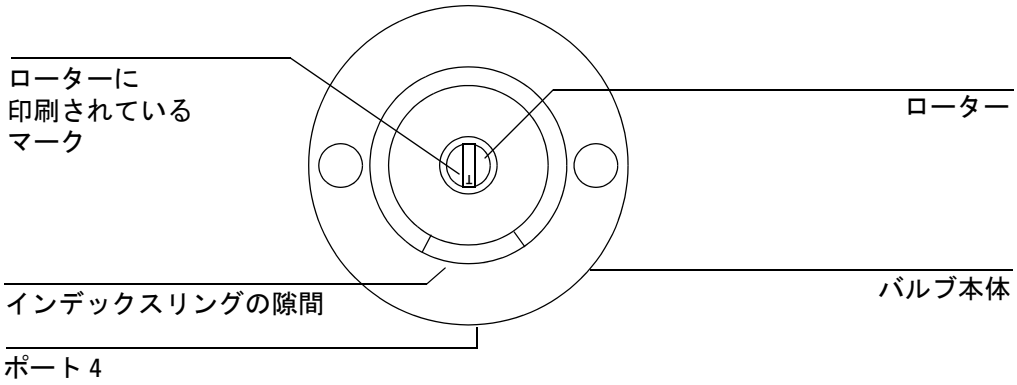


図 21. ポート 4 側にそろえたローターの上部

9. バルブにインデックスピンのキャップをはめ、予圧アセンブリをバルブの底にしっかりと取り付けます。
10. 管がはずれてしまった場合には、つなぎ直して漏れを確認します。参考までに、一般的なガスサンプリングバルブの取り付け例を図 22 に示します。

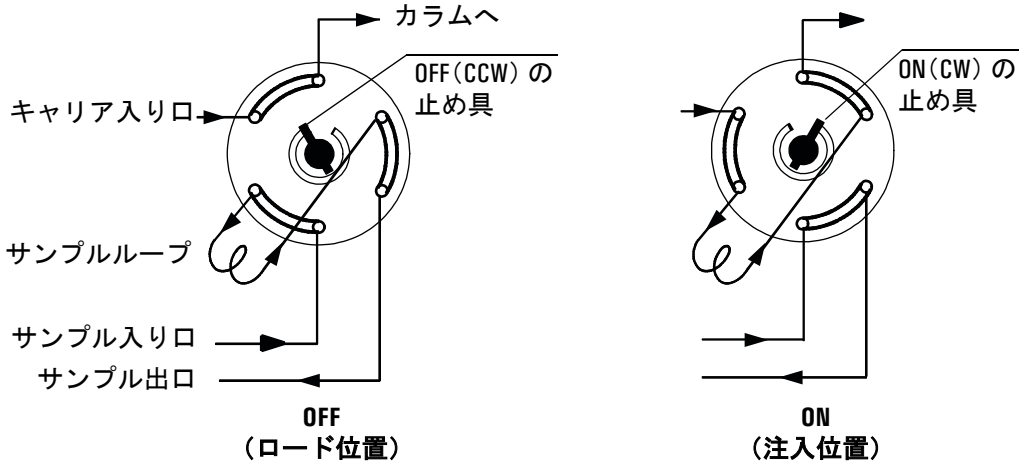


図 22. ガスサンプリングバルブの配管

11. アクチュエータ部品を取り付けます。
12. 110 ページの「ローターのアライメントを調整する」の説明に従って、ローターのアライメントを調整します。

補助 EPC モジュールの保守

オプションの補助 EPC モジュールにより、さらに 3 つの補助圧力コントロールチャネルが利用できるようになります。正しく動作するためには、各チャネルの圧力センサの下流に適切な流れ抵抗がなくてはなりません。補助 EPC モジュールでは、EPC モジュール外部のマニフォールドブロックにある 3 つのフリット型のレストリクタにより、各チャネルに対して抵抗を発生させています。

フリットは 4 つあります。色のついた印でフリットの種類を区別できるようになっています。

フリットの印	流れ抵抗	部品番号
青印	大	19234-60660
赤印	中間	19231-60770
茶印	小	19231-60610
なし（真ちゅう管）	ゼロ	G1570-20540

弊社では、新しい補助 EPC モジュールの 3 チャネルすべてに赤印のフリットを入れて出荷しています。

ガスの種類や用途ごとのフロー要件を元にフリットを選択して取り付けてください。図 23 と図 24 に、3 種類のフリットの大まかな圧力 / フローの関係を示します。なお、フリットの下流にはこれ以外に大きな抵抗がないことを仮定しています。補助 EPC モジュールで使用するガスの種類を変更した場合には、取り付けられているフリットの種類をこの表で確認し、必要な場合は交換してください。

抵抗ゼロのフリットを使用する場合には、下流に抵抗を持たせ、圧力 / フローの関係を成り立たせることが**必要です**。

警告

水素を使用する場合、供給管の下流に充分な流れ抵抗がないと、水素が多量に流れて危険な場合があります。水素を使用する場合には、必ず流れ抵抗が大（青印）または中（赤印）のフリットを使用してください。

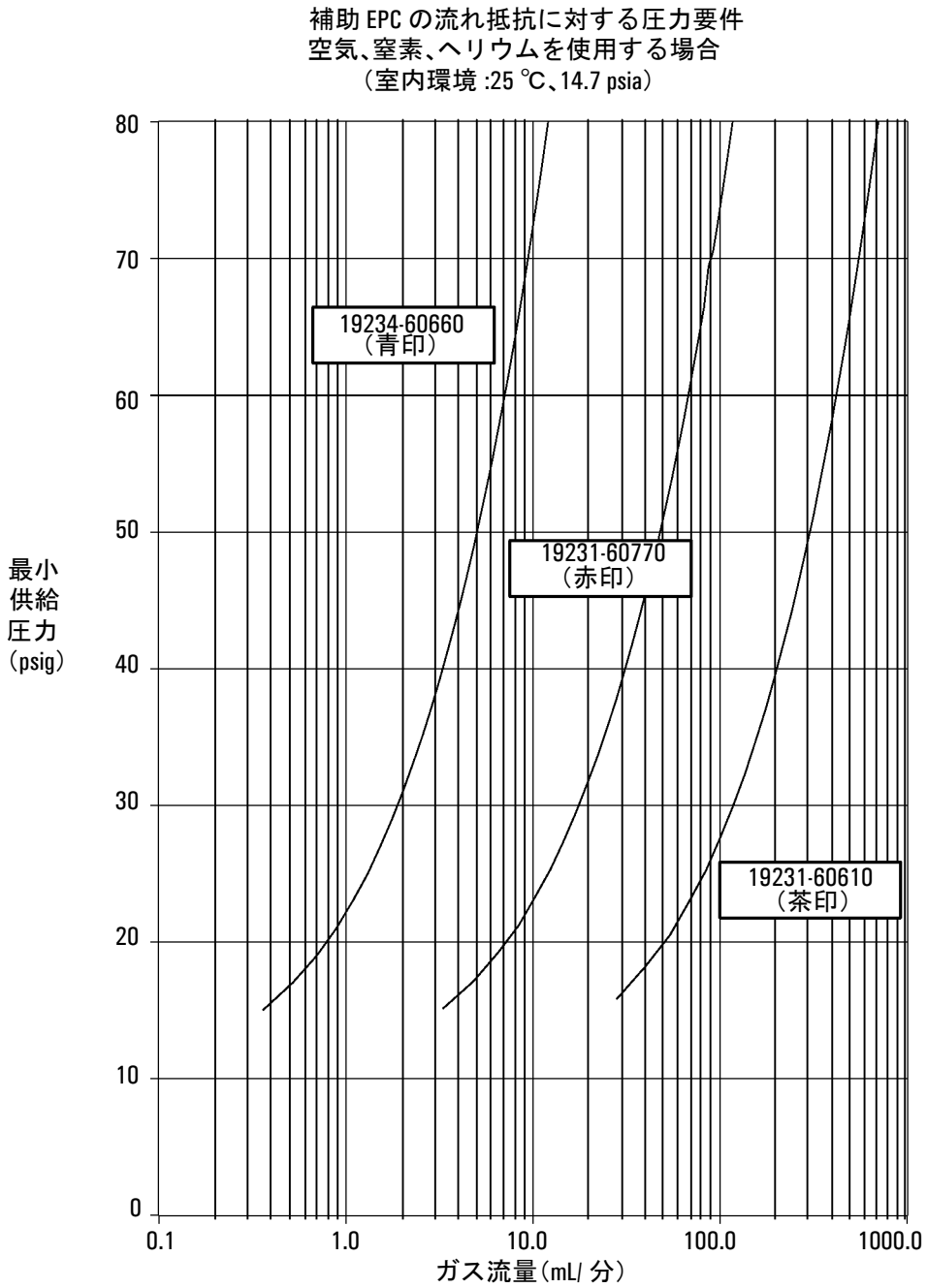


図 23. 補助 EPC の流れ抵抗に対する圧力要件（空気、窒素、ヘリウムを使用する場合）

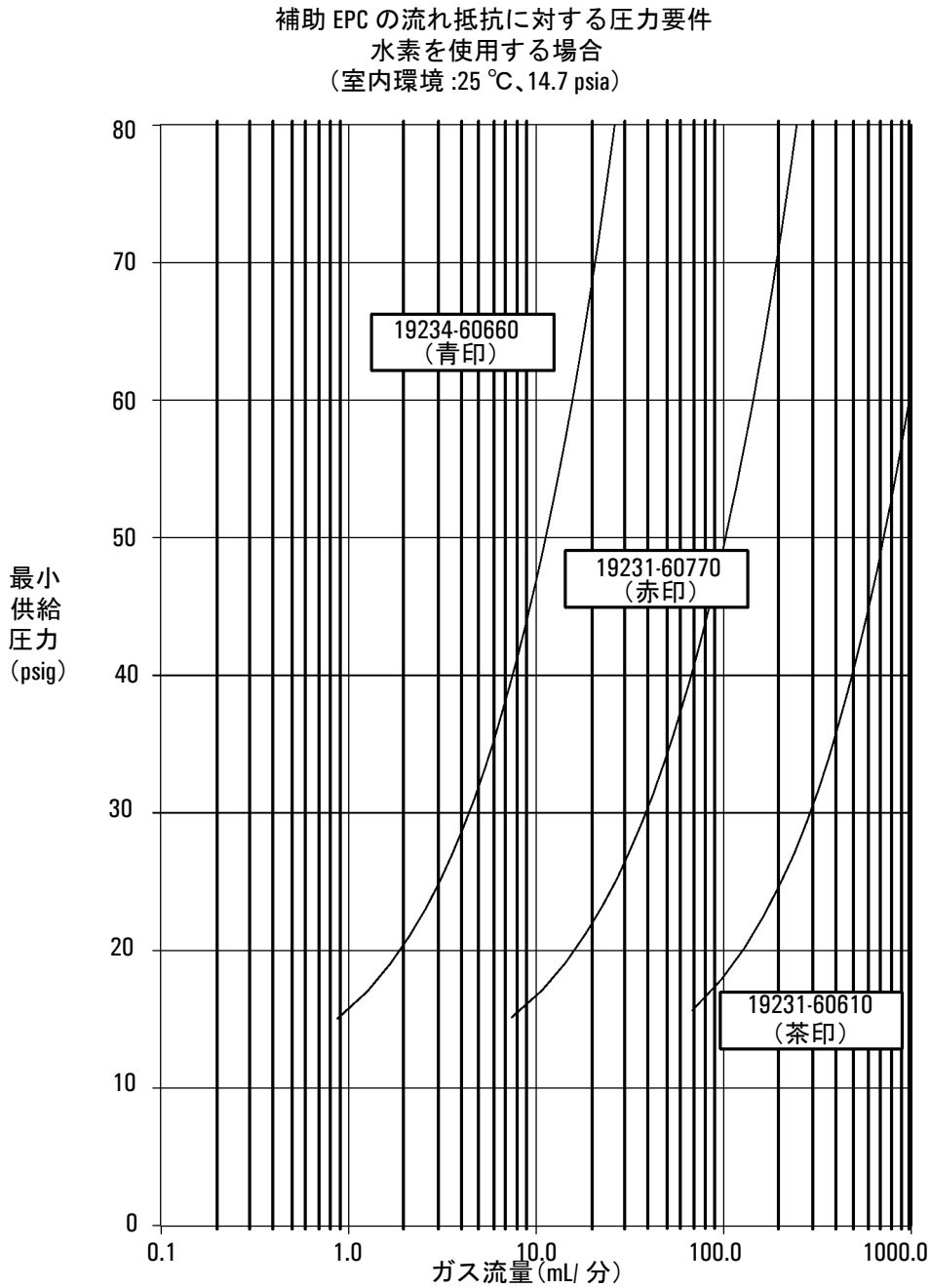


図 24.　補助 EPC 流れ抵抗に対する圧力要件（水素を使用する場合）

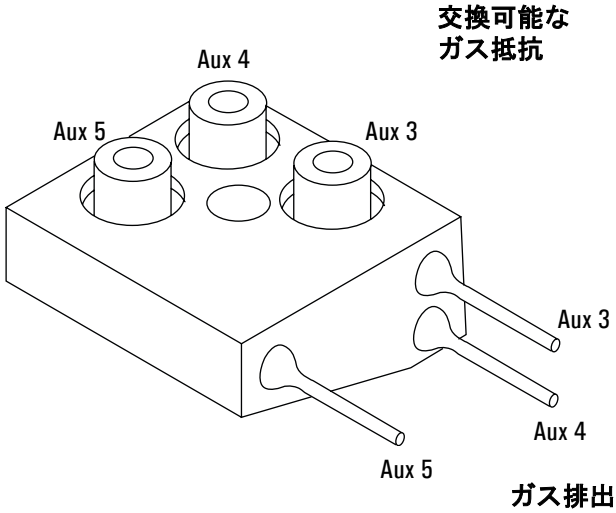
補助チャネルフリットを交換する

警告 オーブンの排気が高温になっていると火傷します。オーブンの排気口は、補助フローモジュールの近くにあります。この手順を開始する前にオーブンを OFF にして冷却してください。

1. SERVICE メソッドを読み込むか、オーブンの温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。

警告 水素ガスを使用している場合には、この手順を実行する前に、その供給元を止めます。

2. 補助 EPC モジュールで使用するガスをすべて供給元で止めます。
3. 補助チャネル用の 3 本のガス排出管と EPC モジュールをつないでいるブロックを探します。
4. ブロックを EPC モジュールに固定しているネジを外します。ブロックを引いてモジュールから外し、フリットが上にくるように回転させます。



5. 交換するフリットをボックスから引き出します。フリットを密封している O リングも外します。
6. O リングを新しいフリットに取り付けます。O リングつきのフリットをブロックに差し込みます。
7. ブロックを空圧モジュールに接続します。ネジをしっかりと締めます。

日常のメンテナンス : 注入口

このセクションで説明するメンテナンス作業は、GC 内の注入口の保守を行うため、使用者が実施できます。これらの中には高温の表面に接触する作業があります、しかし危険な高電圧に接触する作業はありません。

スプリット / スプリットレス注入口のメンテナンス

ライナーと O リングを取り付けるには

これから分析する注入のタイプに従って、スプリットまたはスプリットレスのライナーを選択します。各種のライナーが市販されており、Agilent の消耗品と補用品カタログから注文できます。

工具類と材料

- ライナー、部品番号 5183-4647（スプリット）または 5062-3587（スプリットレス）
- セプタムレンチ（部品番号 19251-00100）
- Viton O リング（部品番号 5180-4182）

手順

1. SERVICE メソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。

警告 注入口を室温まで冷却すると、おそらくライナーは注入口にはり付いていて、作業で破損する可能性があります。以降の作業は、注入口が熱いままの状態で実施すべきです。火傷を避けるため手袋を着用しピンセットを使用します。

2. ガス供給源のキャリアガスを OFF にします。
3. インサートリテイナーナットを緩めます。必要に応じてレンチを使用します。
4. 上部インサートアセンブリを、まっすぐ上に持ち上げます。ライナーが欠けたり折れたりしないよう気を付けてください。
5. ライナーが取り付けられている場合は、ピンセットか類似のツールを使用してそれを取り出します。ライナーを割らないように気を付けてください。
6. 新しい Viton O リング（121 ページの「スプリット / スプリットレス注入口で使用する O リング」を参照）を、新しいライナーの上端からおよそ 2 ～ 3 mm に取り付けます。
7. ライナーを注入口にまっすぐ挿入し、ウェルドメントの上端と同じ高さになるように押し込みます。

注意

O リングやその他のシールを注入口の底やライナーの下部に取り付けないでください ; 誤って取り付けると注入口を損傷したりライナーを破砕します。

8. インサートリテイナーナットを取り付けます。手でしっかりと締めます。締め過ぎないでください。
9. 注入口の圧力をチェックします。必要な場合は締め直します。

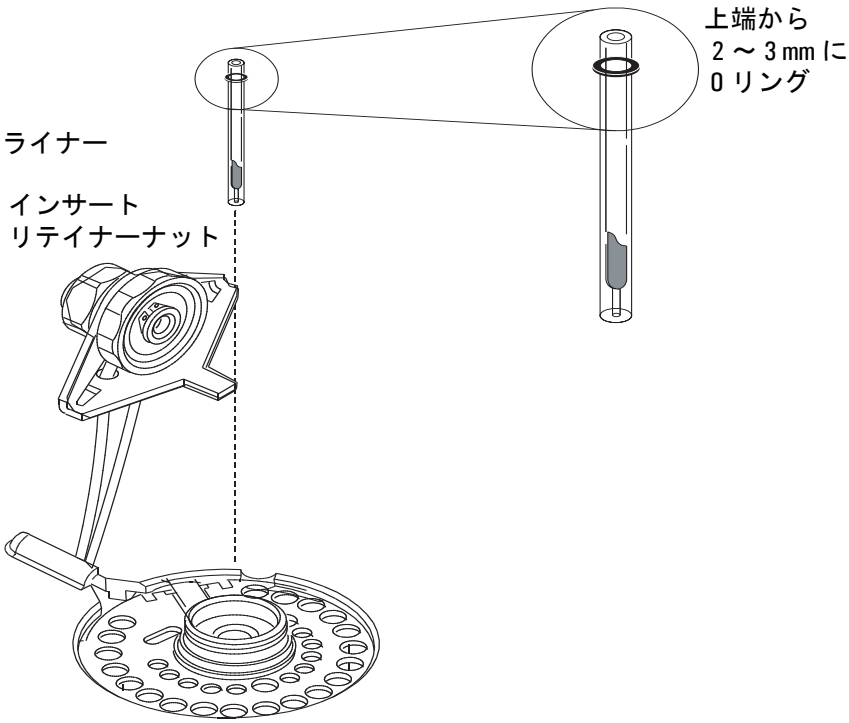


図 25. ライナーを取り付ける

表 24. スプリット / スプリットレス注入口で使用する O リング

説明	パーツ番号
Viton O リング（350 ℃ までの温度で使用）	5181-4182
スプリットライナー用グラファイト O リング（350 ℃ を超える温度で使用可）	5180-4168
スプリットレスライナー用グラファイト O リング（350 ℃ を超える温度で使用可）	5180-4173

セプタムの交換

セプタムに漏れがあると、リテンションタイムが長くなったりシフトしたり、レスポンスが少なくなったり、カラムヘッド圧が上がらなかったりする現象を経験するでしょう。シグナルノイズも増加します。

セプタムの寿命は注入の頻度と使用するニードルの品質に依存します。ニードルのバリ、鋭いエッジ、荒い表面、鈍い先端はセプタムの寿命を減少させます。装置を毎日コンスタントに使用する場合は、毎日のセプタム交換をお勧めします。

使用するセプタムの種類は、クロマトグラフィーのニーズに依存します。セプタムは Agilent Technologies から購入できます、ご注文については Agilent の消耗品と補用品カタログを参照してください。

表 25. スプリット / スプリットレス注入口で使用するセプタム

説明	パーツ番号
11 mm セプタム、低ブリード、赤	5181-1263
11 mm セプタム一部穴空き、低ブリード、赤	5181-3383
11 mm セプタム、低ブリード、灰	5080-8896
Merlin microseal セプタム	5181-8815
11 mm 高温用シリコンセプタム（350 ℃以上）	5182-0739

工具類と材料

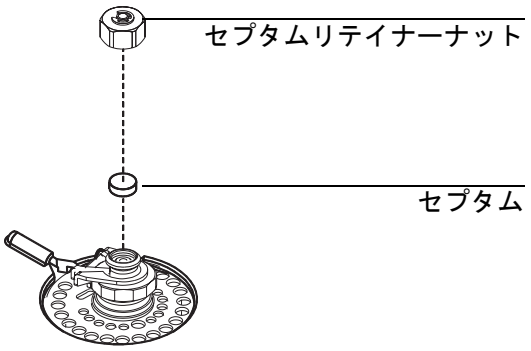
- 新しいセプタム
- セプタムナットレンチ（部品番号 19251-00100）
- スチールウール（0 または 00 グレード）（オプション）

手順

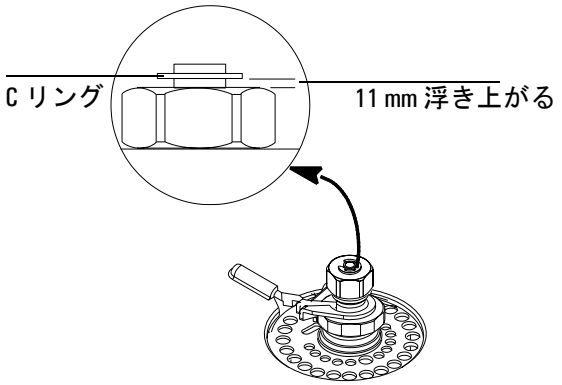
警告 注意してください！オーブンや注入口が高温になっていると火傷します。

1. SERVICE メソッドを読み込むか、注入口とオーブン温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にして、加熱ゾーンを室温に冷却します。
2. ガス供給源で注入口の圧力を OFF にします。

3. ナットが高温になっているか手で外れない場合はレンチを使用します。古いセプタムを取り出します。セプタムが固着している場合は先の尖ったツールで突き刺して取り外します。金属面をこすったり傷つけないよう注意します。



4. セプタムの破片が固着している場合は、スチールウールの小片を丸めてピンセットでつまみ、リテイナーナットとセプタムホルダから破片をこすり落とします。破片を吹き飛ばすには圧縮空気か窒素を使用します。
5. 新しいセプタムを取り付けるにはピンセットを使用します。受け皿の中にしっかりと押し込んでください。
6. セプタムリテイナーナットと取り付けます。C リングがナットの上に約 1 mm 浮き上がるまでナットを締めます。締め過ぎないよう注意します。



7. 通常の操作条件に戻します。

注入口フローモジュールの交換

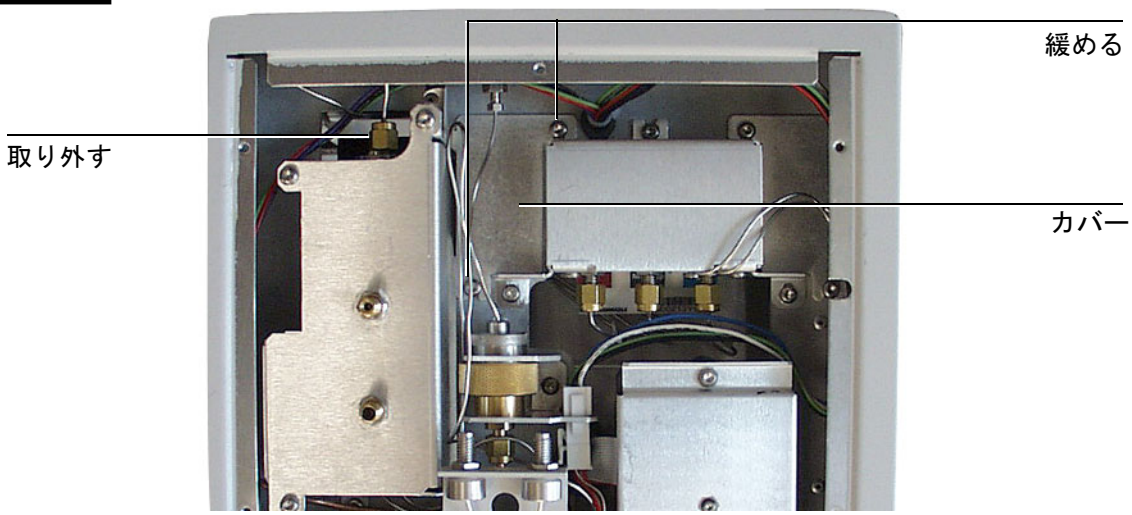
工具類と材料

- トルクス（T-10 および T-20）ドライバ
- 7/16 インチレンチ

フローモジュールの取り外し

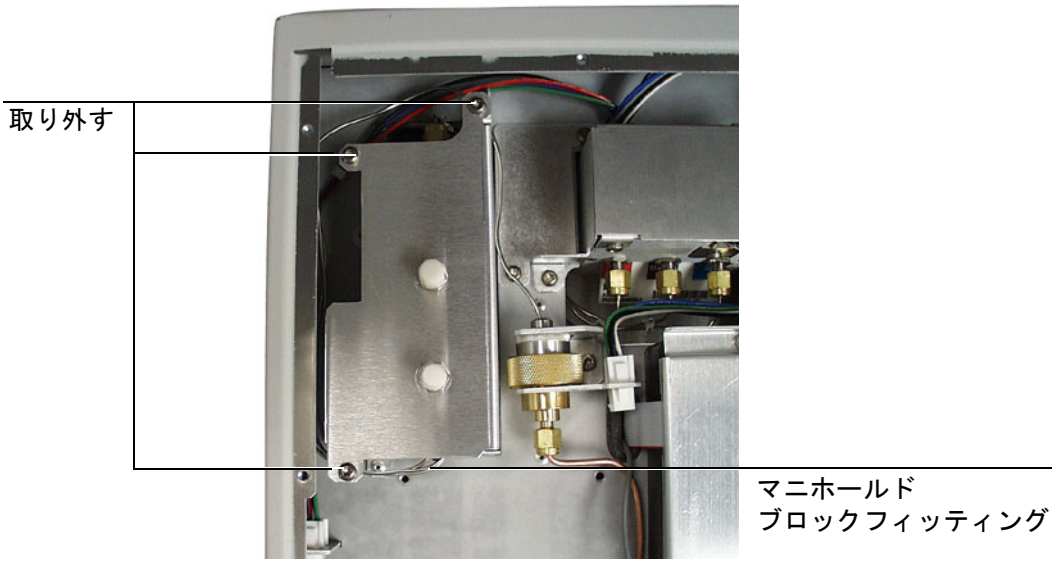
警告 注意してください！オーブンや注入口が高温になっていると火傷します。

1. SERVICE メソッドを読み込むか、注入口とオーブン温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にして、加熱ゾーンを室温に冷却します。
2. ガス供給源で注入口の圧力を OFF にします。
3. リッドトップカバーを取り外します。
4. カバープレート上の 2 つの T-20 トルクスネジを緩めます。



5. カバープレートを引き出し、リボンケーブルが見えるようにします。
6. ガス注入口フィッティングをマニホールドの背面から取り外します。
7. モジュールリボンケーブルコネクタの 2 つのタブを押し下げ、引き抜くことによって、コネクタをジャンパケーブルから取り外します。

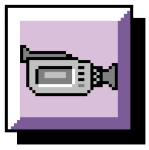
8. 注入口フローモジュールをリッドに固定している 3 つのネジを取り外します。



9. 6850 にバルブボックスが取り付けられている場合、バルブボックスカバーを取り外します。
10. 注入口フローモジュールを持ち上げて取り外し、マニホールドブロックフィッティングをモジュールの正面から取り出します。
11. 注入口フローモジュールを装置から取り外します。

フローモジュールの取り付け

1. 糸屑が付いていない布を使用してマニホールドフィッティング O リングの表面を拭き、適切に圧縮密閉できるようにします。
2. 注入口フローモジュールを下げて所定の位置に置き、マニホールドブロックフィッティングと O リングを取り付けます。



3. モジュールリボンケーブルをジャンパケーブルに再接続します。
4. 注入口フローモジュールを 3 つのネジで固定します。
5. カバープレートを押し入れ、2 つの取り付けネジを締めます。
6. ガス注入口フィッティングを再接続します。
7. 漏れがないかチェックします。詳細については、128 ページの「スプリット / スプリットレス注入口の気密漏れテスト」を参照してください。自動テストについては、G2629A Control Module のマニュアルを参照してください。

注入口ベースシールの交換

レデューシングナットを緩めたり取り外したときは常に、注入口ベースシールを交換します。ゴーストピークなどのクロマトグラフ上の徴候は注入口ベースシールが汚れていて交換が必要なことを示します。

注入口ベースシールはオーブンの内側から交換するので、最初にカラムを取り外す必要があります。

工具類と材料

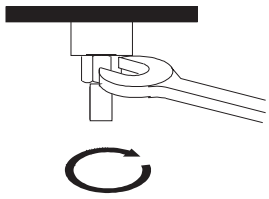
- トルクス（T-20）ドライバ
- 1/2 インチレンチ
- 新しいワッシャ（部品番号 5061-5869）
- 金メッキシール（部品番号 18740-20885）またはステンレスシール（部品番号 18740-20880）

手順

警告 注意してください！オーブンや注入口が高温になっていると火傷します。

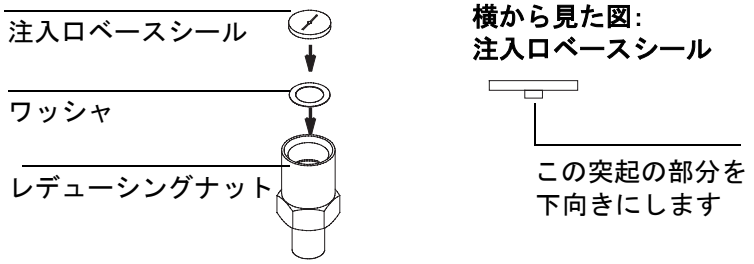
1. SERVICE メソッドを読み込むか、注入口とオーブン温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にして、加熱ゾーンを室温に冷却します。
2. ガス供給源で注入口の圧力を OFF にします。

3. カラムを注入口から取り外します。汚染を避けるためカラムの先にキャップを取り付けてください。注入口下部を覆っている断熱カップを取り外します。
4. レンチを使用してレデューシングナットを緩め、取り外します。ワッシャとシールがレデューシングナットの中にあります。それらを取り出します。



注意 注入口ベースシールとワッシャが汚染されないよう手袋を着用します。

5. ワッシャをレデューシングナットの中に置きます。その上に新しい注入口ベースシールを置きます。



6. レデューシングナットを取り付けてレンチで締めます。断熱カップとカラムを取り付けます。カラムを取り付けたら、装置を通常の操作条件に戻します。

ガス配管の気密漏れテスト

ガス配管に漏れがあると、クロマトグラフの結果は劇的に影響を受けます。以下の手順では 配管システム（注入口マニホールドを含まない）の漏れをチェックします。システムのこの部分で漏れが無いことが判明したら、次の手順として、注入口と注入口マニホールドをチェックします。

注意

液体の漏れ検出液の使用は、特に清浄さが極めて重要な部分では、お勧めできません。漏れ検出液を使用する場合は、液をすぐに洗い流して石鹸膜を取り去ってください。

工具類と材料

使用するガスの種類を検出できる電子式リークデテクタまたは液体の漏れ検出液。液体の漏れ検出液を使用する場合は、テスト終了後、付着している液体を拭い去ってください。

手順

警告

液体の漏れ検出液を使用する場合は、感電による危険を避けるため、装置左側にあるメイン電源スイッチで GC を OFF にし、電源コードの接続を外します。電気の配線、特に検出器や注入口ヒーターのリード線に漏れ検出液が掛からないよう気を付けてください。

1. リークデテクタで、それぞれの接続箇所に漏れがないかチェックします。
2. 漏れのおそれがある接続を締め直します。もう一度接続部の漏れをテストします。

スプリット / スプリットレス注入口の気密漏れテスト

注入口には漏れるおそれのある多くの箇所があります。この手順では、注入口全体で許容できない漏れがあるかどうかを決定します。注入口が漏れている場合は、リークデテクタを使用して、漏れているコンポーネントを正確に指摘する必要があります。

コントロールモジュールにアクセスできる場合は、このテストは自動的に実行できます。詳細についてはコントロールモジュールのマニュアルを参照してください。コントロールモジュールのテストプログラムにより、以下で説明するハードウェアタスクを完了するよう指示されます。

工具類と材料

セプタムナットレンチ（部品番号 19251-00100）

1/8 インチ真ちゅうナット、5180-4103

1/8 インチグラファイト入り Vespel 無穴フェラル、0100-1372

カラムカット、5181-8830

グラファイト入り Vespel 無穴フェラル、5020-8294

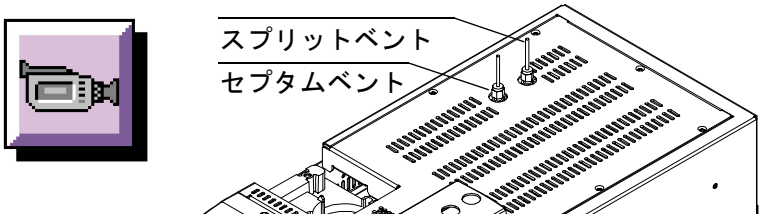
手順

警告 注意してください！オーブンや注入口が高温になっていると火傷します。

このテストは、設定値の編集にコントロールモジュールかケミステーション / Cerity Chemical を必要とします。

1. サービスメソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。それから以下も確認します：
   - 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
   - 検出器が ON になっている場合は、OFF にします。
2. ガス供給源で注入口の圧力を OFF にします。
3. カラムが取り付けられている場合はそれを取り外し、カラムフィッティングにカラムナットと無穴フェラルで栓をします。
4. セプタム、O リング、シールなどの品質が不明で交換が必要な場合は、セプタムを交換し（122 ページの「セプタムの交換」を参照）、ライナー O リングを交換し（120 ページの「ライナーと O リングを取り付けるには」を参照）、注入口ベースシールを交換します（126 ページの「注入口ベースシールの交換」を参照）。

5. セプタムパージフィッティングにキャップを取り付けて塞ぎます。1/8 インチの Swagelok キャップ、あるいはキャピラリカラムナットと硬質の針金（金属ペーパークリップなど）と内径 0.5 mm のグラファイトフェラルを組み合わせて取り付けます。



6. オーブンと注入口を通常の操作温度に設定します。
7. 注入口をスプリットモードにセットします。
8. カラムの長さを 0 m としてカラムをコンフィグレーションします。
9. ガス供給源の圧力が少なくとも 35 psi 以上であることを確認しておきます。注入口の圧力として 20 ～ 25 psi を設定値に入力します、あるいは、通常もっと高い圧力で操作している場合はその圧力を入力します。
10. トータル流量を 60 mL/ 分にセットします。圧力と流量が平衡に達するまでほんの少しの瞬間待ちます。もし GC が設定値に達することができない場合は、どこかに大きな漏れがあります。130 ページの「漏れを止める」を参照してください。
11. 圧力または流量を OFF にします。セプタムパージとカラムフィッティングにキャップで栓をしているため、ガスはシステムで捕捉され、圧力はほぼ一定のままで保たれるはずです。
12. コントロールモジュールあるいはケミステーション /Cerity Chemical で 10 分間圧力をモニタします。
    - 0.5 psi 以下（約 0.05 psi/ 分）の圧力降下であれば許容されます。
    - もし圧力降下が 0.5 psi より大きい場合は、漏れの箇所を発見して止める必要があります。130 ページの「漏れを止める」を参照してください。
    - もし圧力が増加する場合は、フローマニホールドで、フォワード圧力プロポーショナルバルブに漏れがあります。ここでの僅かの漏れはクロマトグラフの問題の原因にはなりませんが、空気をシステムに混入させる他の小さな漏れが判別できなくなる可能性があります。フォワードバルブの漏れが 0.2 mL/ 分であれば許容され、仕様の範囲です。
13. システムに漏れが無いことが確認されたら、接続と操作条件を通常の状態に戻します。

漏れを止める

必要な器材：

- ガスの種類に合った電子式リークデテクタ
- 注入口で漏れのある部品を締めるのに使用するツール（漏れが検出された場合）

1. 電子式リークデテクタを使用して、注入口で漏れの可能性がある全ての箇所をチェックします。
2. 漏れている箇所箇所があれば、緩んでいる接続を締め直します。漏れテストを繰り返す必要があるかもしれません。

圧力の降下が 0.5 psi 以下になれば、注入口システムは漏れがないものとみなすことができます。圧力降下が許容できる割合より速い場合は、漏れ箇所の探索を継続し、圧力テストを繰り返します。すべてのフィッティングで漏れが無いことが判明しているにもかかわらず注入口システムでまだ急速な圧力降下が見られる場合は、注入口マニホールドを交換する必要があるかもしれません。

漏れの可能性がある場所

注入口システムの漏れを確認する際には、以下の場所を確認してください（該当する場合）。

- 栓をしたカラム取り付け口
- セプタムとセプタムナット
- 冷却塔アセンブリ
- 1/4 インチフェラル（ライナー使用の場合）
- O リングとその接続
- 注入口に接続されているガス配管付近
- キャップを取り付けたパージベント
- 菱目ナット
- セプタムパージキャップ（セプタムヘッドのみ）
- キャリアガスとセプタムパージ用の接続（セプタムヘッドのみ）
- 注入口の下部にある、下部注入口シール
- 注入口の下部キャップ

スプリットベントラインの詰まりの確認

時間がたつにつれ、凝縮性蒸気などの破片によりスプリットベントライン（トラップを含む）に詰まりが発生することがあります。コントロールモジュールが使用できる場合には、自動テストを実行して、注入口を使用する上で問題となるスプリットベントラインの詰まりを確認することができます。詳細についてはコントロールモジュールのマニュアルを参照してください。コントロールモジュールのテストプログラムにより、128 ページの「スプリット / スプリットレス注入口の気密漏れテスト」の内容と同様なハードウェアタスクを完了するよう指示されます。

注入口のクリーニング

注入口の徹底的なクリーニングはめったに必要ではありませんが、注入されたサンプルからの堆積物はときおり注入口の内部に蓄積します。注入口をクリーニングする前に、汚れた注入口ライナーやインサートを新しいものに交換してください。もしそれらを交換しても問題が解決されない場合は、注入口をクリーニングします。

工具類と材料

クリーニングブラシ - FID クリーニングキットには適切なブラシが含まれています（部品番号 9301-0985）。

手順

1. あらかじめ以下のステップを完了しておきます：
   - ガス供給源で注入口の圧力を OFF にします。
   - GC（左側の電源スイッチ）を OFF にし、電源ケーブルを外します。
   - 注入口ライナーを取り外します（120 ページの「ライナーと O リングを取り付けるには」を参照）。
   - 注入口ベースシールを取り外します（126 ページの「注入口ベースシールの交換」を参照）。
2. 注入口の内側を下からライトで照射し、汚染や堆積物の痕跡があるかどうかを観察します。ブラシを注入口に挿入します。注入口の内壁をブラシで根気よく擦りすべての堆積物を取り除きます。
3. 元どおりに組み立てる前に、清浄な圧縮空気か窒素を吹き付けて付着した粒子を吹き飛ばし、完全に乾燥させます。
4. 新しい注入口ベースシールを使用して注入口を組み立てます。通常の操作条件に戻します。

スプリットベントトラップフィルタカートリッジの交換

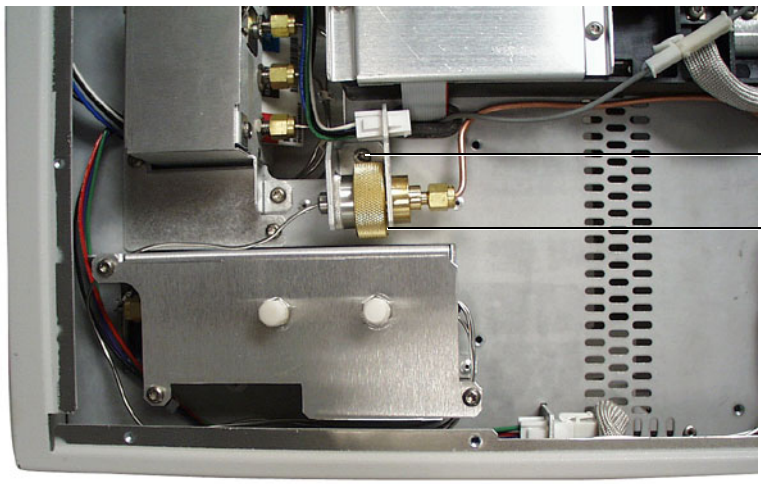
工具類と材料

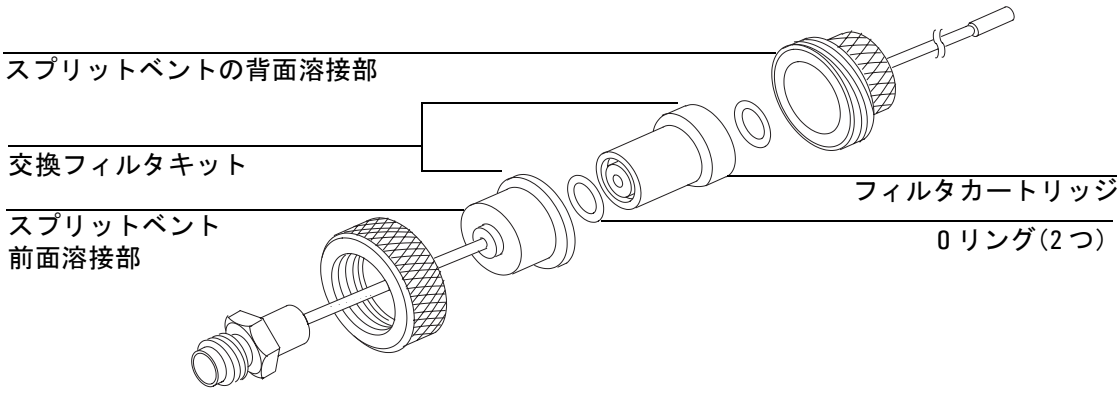
- トルクス（T-20）ドライバ
- 交換フィルタキット

警告

スプリットベントトラップには、GC で分析した試料や他の残留物が残っている場合があります。トラップフィルタカートリッジの交換でこのような種類の物質を扱う場合には、安全手続きに従ってください。

1. SERVICE メソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。
2. リッドトップカバーを取り外します。
3. スプリットベントトラップクランプを止めているネジを取り外し、クランプを取り外します。
4. 真ちゅうのリングナットのネジを外し、カートリッジアセンブリ（O リングとフィルタカートリッジ）を取り外します。





5. 2 つの O リングおよびフィルタカートリッジを交換します。
6. 漏れがないかチェックします。

パージ付き充填カラム注入口のメンテナンス

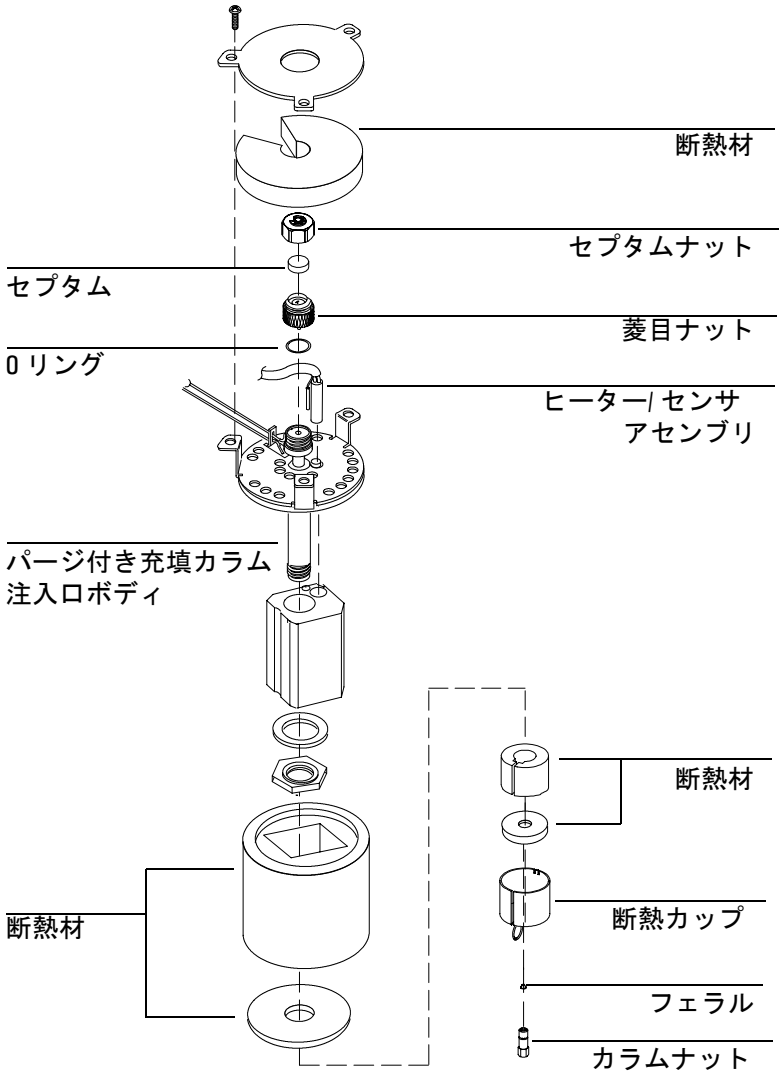


図 26.　パージ付き充填カラム注入口

ライナーとインサートの選択

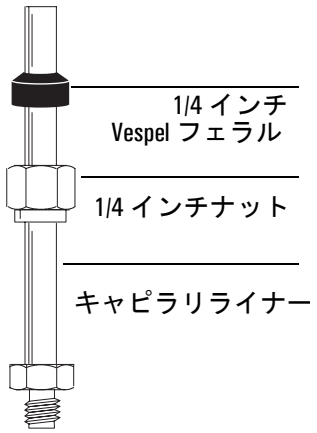
ライナー：ライナーの選択は使用するカラムの種類によって異なります。ワイドボアキャピラリ、1/4 インチ充填カラム、1/8 インチ充填カラム用のライナーがあります。ライナーには、カラムが注入口に接続できるようにする、アダプタとしての機能があります。137 ページの「ライナーの取り付け」を参照してください。

インサート：ガラスインサートは、しばしば金属ライナーと組み合わせて使用し、反応活性の低減と不揮発残渣のトラップに役立てます。キャピラリカラムでは、常にインサートを使用します。インサートは注入口の上部から取り付け、カラムの前に置かれます。138 ページの「ガラスインサートを取り付ける」を参照してください。

パージ付き充填カラム注入口は、キャピラリカラム用のライナーと注入口を付けて出荷されています。表 26 をご覧ください。充填カラムを使用する場合は、表 27 をご覧ください。

細い内径のキャピラリカラムを、この注入口で使用することはお勧めできません。

表 26. ワイドボアキャピラリカラム用のライナーとインサート

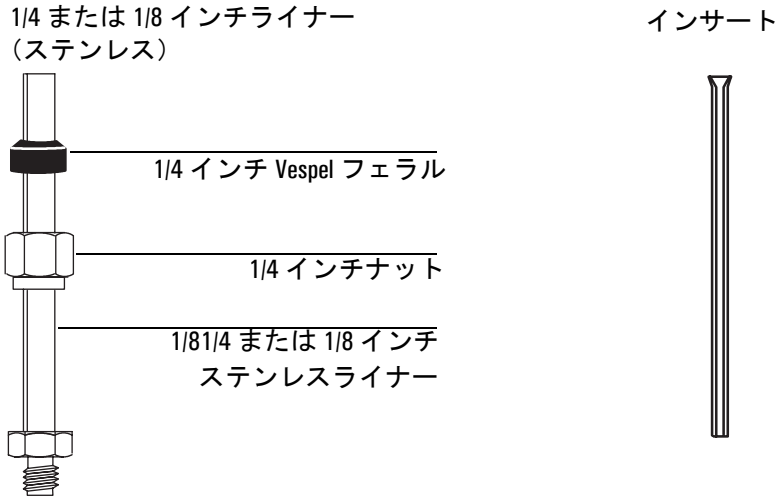
カラムの種類	ライナー	インサート
530 µm または 320 µm	19244-80540 	5080-8732 または 5181-3382*

* 不活性化処理済み

表 27.　充填カラム用のライナーとインサート

カラムの種類	ライナー	インサート
1/8 インチメタル	1/8 インチステンレス鋼 19243-80510	なし
	19243-80530	5080-8732 または 5181-3382*
1/4 インチメタル	1/4 インチステンレス鋼 19243-80520	なし
	19243-80540	5080-8732 または 5181-3382*
1/4 インチガラス	ライナーは不要 カラムの最初の部分をライナーとして使用。1/4 インチメタルライナーも使用可能。	利用できない

* 不活性化処理済み



ライナーの取り付け

以下の手順は、すべての種類のライナーにあてはまります。グラファイト入り Vespel フェラルの使用をお勧めします、金属フェラルはライナー取り付けると外れなくなるためお勧めできません。金属フェラルを使用していて、漏れがある場合は、ライナー全体を交換しなければなりません。

必要な器材：

- ライナー、真ちゅうナット、フェラル（表 26 または 表 27 を参照）。
- 毛羽立たない布
- メタノール
- 9/16 インチレンチ

1. SERVICE メソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。
2. ガス供給源で注入口の圧力を OFF にします。

警告 注意してください！オーブンや注入口が高温になっていると火傷します。

3. カラムが取り付けられている場合は、GC のオーブンリッドを開き、カラムを注入口から取り外します。
4. ライナーが取り付けられていれば、レンチを使用して古いライナーを取り外します。
5. 指紋などによる汚染を取り除くために毛羽立たない布で新しいライナーの端をクリーニングします。溶媒としてメタノールを使用します。
6. ライナーに真ちゅうのナットとグラファイト入り Vespel フェラルを通します。
7. 注入口ベースの位置を確かめ、ライナーを注入口ベースのできるだけ奥まで、真っ直ぐに挿入します。
8. この位置でライナーを保持し、手でナットを締めます。
9. レンチを使用してナットをもう 1/4 回転締めます。
10. カラムを取り付けます。

11. 注入口にキャリアガスを流し、オーブンと注入口を操作温度まで加熱します。これらを冷却して、もう一度フィッティングを締め直します。

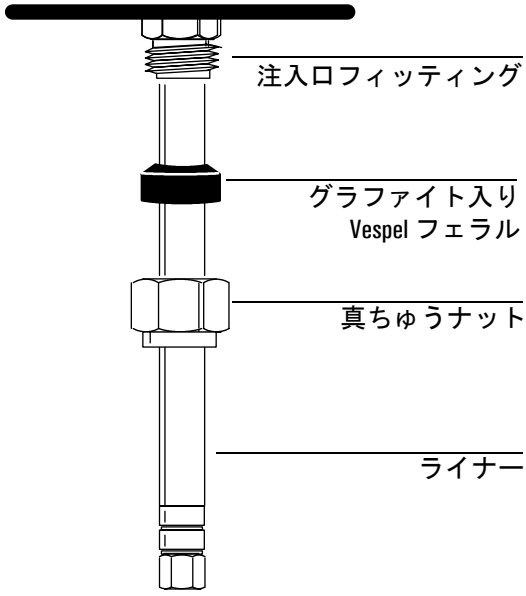


図 27. ライナーを取り付ける

ガラスインサートを取り付ける

必要な器材：

- インサート（表 26 または 表 27 を参照）
- ピンセットまたはヘモスタット
- ワイヤ

1. SERVICE メソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。
2. ガス供給源で注入口の圧力を OFF にします。

警告 注意してください！注入口フィッティングが高温になっていると火傷します。

3. 注入口の上部にある菱目ナットを取り外します。図 28 を参照してください。

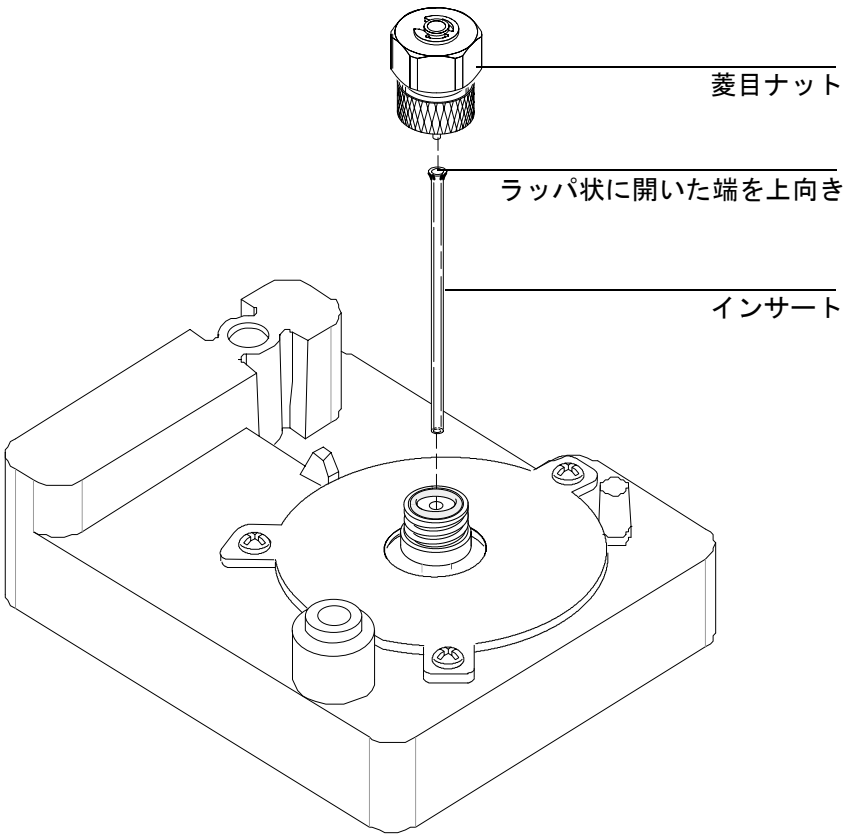


図 28. パージ付き充填カラム注入口にガラスインサートを取り付ける

4. 古いインサートを慎重に取り出します。注入口からインサートを持ち上げるには、細いワイヤ（ペーパークリップなど）が役立つ場合もあります。図 28 を参照してください。
5. ピンセットか類似のツールを使用して、インサートの最上部をつまみ、ラッパ状に開いた端を上にして注入口に挿入します。
6. もしキャピラリカラムが取り付けられていて、インサートが適切に収まらない場合は、キャピラリカラムを取り外し、インサートを取り付けた後で、カラムを再度取り付けなければなりません。
7. 菱目ナットを元どおりに取り付け、手でしっかり締めます。

セプタムを交換する

セプタムに漏れがあると、リテンションタイムが長くなったりシフトしたり、レスポンスが少なくなったり、カラムヘッド圧が上がらなかったりする現象を起こります。さらに、検出器シグナルのノイズはますます大きくなります。

セプタムの使用可能な寿命は注入の頻度と使用するニードルの品質に依存します。ニードルのバリ、鋭いエッジ、荒い表面、鈍い先端はセプタムの寿命を減少させます。装置を毎日コンスタントに使用する場合は、毎日のセプタム交換をお勧めします。

使用するセプタムの種類は、クロマトグラフィーのニーズに依存します。セプタムは Agilent Technologies から購入できます、ご注文については Agilent の消耗品と補用品カタログを参照してください。

表 28. パージ付き充填カラム注入口で使用するセプタム

説明	パーツ番号
11 mm セプタム、低ブリード、赤	5181-1263
11mm セプタム一部穴空き、低ブリード、赤	5181-3383
11mm セプタム、低ブリード、灰	5080-8896
Merlin microseal セプタム	5181-8815
11 mm 高温用シリコンセプタム（350 ℃ 以上）	5182-0739

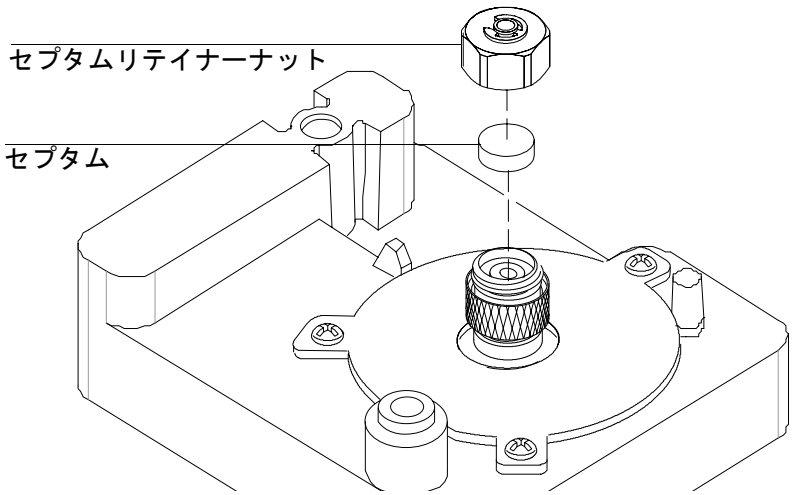
警告 注意してください！オーブンや注入口が高温になっていると火傷します。

注意 高温でカラムにキャリアガスが流れていないと、カラムは損傷します。この作業をする前に、オーブンを室温まで冷却しておきます。

必要な器材：

- 手袋（注入口が熱い場合）
- 新しいセプタム
- セプタムナットレンチ（部品番号 19251-00100）
- 先の尖ったプラスチックまたは木製のツール（セプタムを注入口から取り除くのに使用）
- スチールウール（0 または 00 グレード）（オプション）
- ピンセットまたは鉗子
- 圧縮乾燥清浄空気または窒素（オプション）

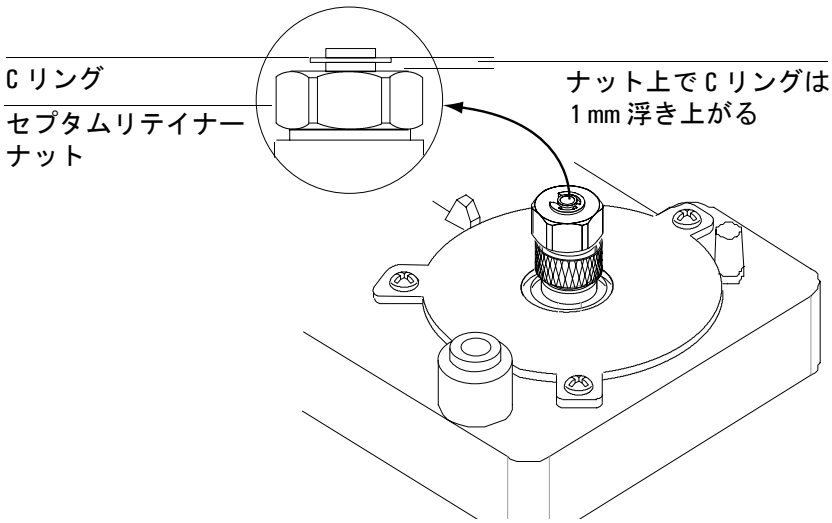
1. SERVICE メソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。それから以下も確認します :
   - 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
   - 検出器が ON になっている場合は、OFF にします。
2. ガス供給源で注入口の圧力を OFF にします。
3. 注入口が高温の場合は、火傷しないよう手袋をはめます。セプタムリテイナーナットを取り外します。高温または固着している場合は、レンチを使用してナットを緩めます。古いセプタムを取り出します。



   セプタムが固着している場合は先の尖ったツールで突き刺して取り外します。セプタムの周りで金属をえぐらないよう注意して、古いセプタムのすべての小片を確実に取り除きます。
4. セプタムの破片が固着している場合は、スチールウールの小片を丸めてピンセットまたは鉗子でつまみ、リテイナーナットとセプタムホルダから破片をこすり落とします。スチールウールやセプタムのくずを吹き飛ばすため、圧縮空気か窒素を使用します。
5. 新しいセプタムを取り付けるにはピンセットを使用します。受け皿の中にしっかりと押し込んでください。
6. セプタムリテイナーナットを取り付けます。C リングがナットの上に約 1 mm 浮き上がるまでナットを締めます。締め過ぎないよう注意します。

注意

ナットは締め過ぎないでください！セプタムを締め過ぎるとセプタムが過度に圧縮され、寿命を縮め、セプタムの破片が注入口を汚染する原因となります。



7. 通常の操作条件に戻します。

O リングを交換する

O リングは定期的に交換する必要があります。消耗した O リングは、注入口で漏れの原因となります。O リングが漏れているかどうか決定するには、この章で後に説明する漏れテストを実施します。

O リングには弾性を与えるため可塑剤が含まれています。O リングは注入口の上部と注入口ベースをシールしています。しかし、高温になると可塑剤が焼き出され、O リングは硬化してシールを形成できなくなります。注入口を高温にして操作する場合は、おそらく頻繁に O リングを交換する必要があります。

警告

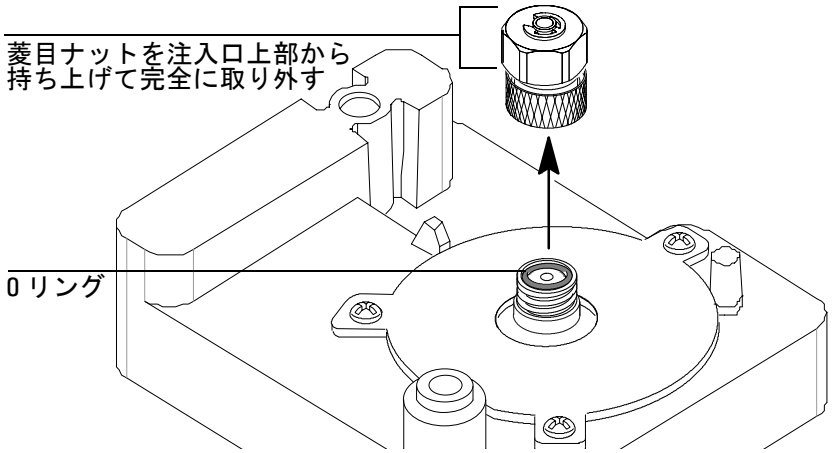
注意してください！オーブンや注入口が高温になっていると火傷します。注入口が高温の場合は、火傷しないよう手袋をはめます。

必要な器材：

- 手袋（注入口が熱い場合）
- 新しい Viton O リング（部分番号 5080-8898）
- セプタムナットレンチ（部品番号 19251-00100）
- ピンセットまたは鉗子（オプション）

1. SERVICE メソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。それから以下も確認します：
   - 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
   - 検出器が ON になっている場合は、OFF にします。
2. ガス供給源で注入口の圧力を OFF にします。
3. 注入口が高温の場合は、セプタムナットレンチを使用します。菱目ナットを完全に緩めます。ナットの上に持ち上げて注入口の上部から取り外します。

   O リングが中に見えます。Remove the old O-ring. つかむためには、ピンセットを使用する必要があるかもしれません。ピンセットを使用して、新しい O リングを取り付けます。



4. 注入口の上部の部分を元に戻し、菱目ナットをいっぱいまで締めます。GC を、通常の操作条件に戻します。

ガス配管の漏れテスト

ガス配管システムに漏れがあると、クロマトグラフの結果は劇的に影響を受けます。以下の手順では 配管システム（注入口マニホールドを含まない）の漏れをチェックします。システムのこの部分で漏れが無いことが判明したら、次の手順として、注入口と注入口マニホールドをチェックします。

注意

液体の漏れ検出液の使用は、特に清浄さが極めて重要な部分では、お勧めできません。漏れ検出液を使用する場合は、液をすぐに洗い流して石鹸膜を取り去ってください。

必要な器材 :

- 電子式リークデテクタまたは液体のリーク検出液。液体の漏れ検出液を使用する場合は、テスト終了後、付着している液体を拭い去ってください。
- 2 本の 7/16 インチレンチ

手順

警告

液体の漏れ検出液を使用する場合は、感電による危険を避けるため、GC を OFF にし、電源コードの接続を外します。電気の配線、特に検出器や注入口ヒーターのリード線に漏れ検出液が掛からないよう気を付け細心の注意を払ってください。

1. リークデテクタを使用して、接続した各接続箇所に漏れがないかをチェックします。
2. 漏れがあれば、接続を締め直して漏れを止めます。もう一度接続部の漏れをテストします。すべての接続で漏れがなくなるまでこれを繰り返します。

パージ付き充填カラム注入口の漏れテスト

以下の手順により、注入口に漏れがあるかどうか決定できます。注入口の漏れテストは通常の操作温度で実施することをお勧めします。室温に冷却すると O リングに漏れが生じる可能性があるからです。

コントロールモジュールにアクセスできる場合は、このテストは自動的に実行できます。詳細についてはコントロールモジュールのマニュアルを参照してください。コントロールモジュールのテストプログラムにより、以下で説明するハードウェアタスクを完了するよう指示されます。

必要な器材 :

- 手袋（注入口が熱い場合）
- セプタムナットレンチ（部品番号 19251-00100）
- 時計またはストップウオッチ
- 1/8 インチ真ちゅうナット、5180-4103

- 1/8 インチグラファイト入り Vespel 無穴フェラル、0100-1372

キャピラリカラムを使用する場合：

- 無穴フェラル、5020-8294
- カラムカット、5181-8830
- 7/16 インチレンチ

充填カラムを使用する場合：

- 無穴 Vespel プラグ、0100-1372
- 9/16 インチレンチ

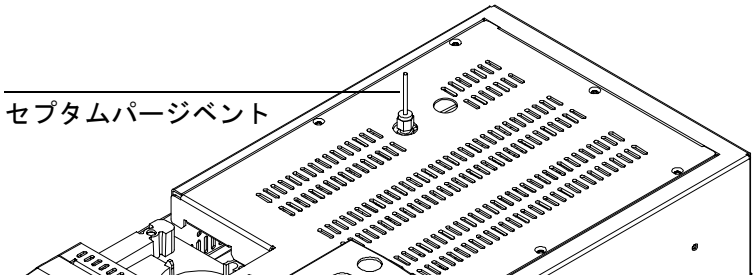
警告 注意してください！オーブンや注入口が高温になっていると火傷します。

このテストは、設定値の編集にコントロールモジュールかケミステーション / Cerity Chemical を必要とします。

手順

1. サービスメソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。それから以下も確認します：
   - 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
   - 検出器が ON になっている場合は、OFF にします。
2. ガス供給源で注入口の圧力を OFF にします。
3. カラムが取り付けられていれば、カラムを取り外し、カラムフィッティングにキャップを取り付けます。キャピラリカラムを使用している場合は、無穴フェラルをカラムナットに入れて栓にします。充填カラムを使用している場合は、無穴 Vespel プラグを栓にします。
4. 古いセプタムを取り除き、新しいセプタムに置き換えます。セプタム交換の手順については、139 ページの「セプタムを交換する」を参照してください。
5. O リングを点検し、硬化していたり、脆くなったり、ひび割れている場合は交換します。O リング交換の手順については、142 ページの「O リングを交換する」を参照してください。

6. セプタムパージフィッティングにキャップを取り付けて塞ぎます。1/8 インチの Swagelok キャップ、あるいはキャピラリカラムナットと硬質の針金（金属ペーパークリップなど）と内径 0.5 mm のグラファイトフェラルを組み合わせて取り付けます。



7. ガス供給源の圧力が少なくとも 35 psi 以上であることを確認しておきます。キャリアガスの供給圧力は、希望する設定値よりも常に 10 psi 以上大きくする必要があります。
8. コントロールモジュールあるいはケミステーション /Cerity Chemical を使用してキャピラリカラムを定義します。長さに 0 mm と入力します。注入口はこの時点で圧力制御モードになります。
9. オーブンと注入口を通常の操作温度に設定します。
10. 注入口圧力を 25 psi にセットします。圧力と流量が平衡に達するまでほんのしばらく待ちます。平衡に達すると、圧力は僅かに設定値を超える可能性があります。

    圧力が設定値に達しない場合は、システムに大きな漏れがあるか、供給源圧力が充分高くないかのどちらかです。
11. 圧力を OFF にします。カラム接続部とセプタムパージベントをキャップしているため、圧力はほぼ一定に保たれるはずです
12. 圧力の変化を 10 分間モニタします。
    - 圧力の降下が、0.7 psi 未満（0.07 psi/ 分未満）の場合は、システムは気密であるとみなされます。
    - もし圧力降下が 0.7 psi よりかなり大きい場合は、漏れの箇所を発見して止める必要があります。147 ページの「漏れを止める」を参照してください。
13. システムに漏れがないことが確認されたら、接続と操作条件を通常の状態に戻します。セプタムパージからキャップを取り外し、カラムを取り付けます、正しいカラムを定義 / 未定義して、通常の操作温度と圧力に戻します。

漏れを止める

必要な器材：

- ガスの種類に合った電子式リークデテクタ
- 注入口で漏れのある部品を締めるのに使用するツール（漏れが検出された場合）

1. 電子式リークデテクタを使用して、注入口で漏れの可能性がある全ての箇所をチェックします。
2. 漏れている箇所箇所があれば、緩んでいる接続を締め直します。漏れテストを繰り返す必要があるかもしれません。

圧力の降下が 0.7 psi 以下になれば、注入口システムは漏れがないものとみなすことができます。圧力降下が許容できる割合より速い場合は、漏れ箇所の探索を継続し、圧力テストを繰り返します。すべてのフィッティングで漏れが無いことが判明しているにもかかわらず注入口システムでまだ急速な圧力降下が見られる場合は、注入口マニホールドを交換する必要があるかもしれません。

漏れの可能性がある場所

注入口システムの漏れを確認する際には、以下の場所を確認してください（該当する場合）。

- 栓をしたカラム取り付け口
- セプタムとセプタムナット
- 冷却塔アセンブリ
- 1/4 インチフェラル（ライナー使用の場合）
- O リングとその接続
- 注入口に接続されているガス配管付近
- キャップを取り付けたパージベント
- 菱目ナット
- セプタムパージキャップ（セプタムヘッドのみ）
- キャリアガスとセプタムパージ用の接続（セプタムヘッドのみ）
- 注入口の下部にある、下部注入口シール
- 注入口の下部キャップ

注入口のクリーニング

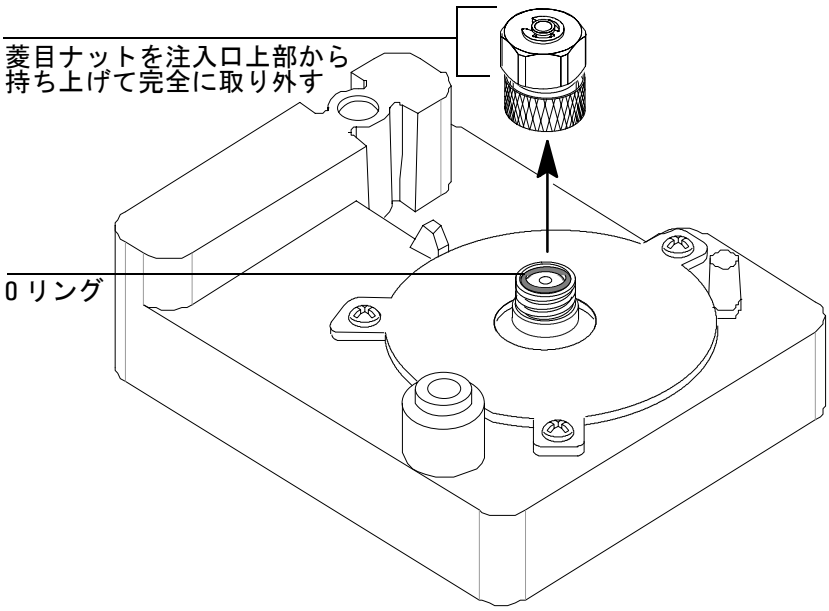
下記に説明するやり方で、注入口をクリーニングする必要は、それほど頻繁にはありません。しかし時折、注入されたサンプルからの残滓はパージ付き充填カラム注入口の内部に堆積されています。注入口をクリーニングする前に、カラムライナーやインサートを新しいものに交換してください。137 ページの「ライナーの取り付け」および 138 ページの「ガラスインサートを取り付ける」を参照してください。それでも問題が解決しない場合は、注入口をクリーニングします。

必要な器材：

- クリーニングブラシ - FID クリーニングキットには適切なブラシが含まれています（部品番号 9301-0985）
- 注入口に堆積した化学物質をクリーニングするのに適した溶媒
- 圧縮乾燥清浄空気または窒素

1. 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
2. GC を OFF にして、電源ケーブルを外します。
3. ガス供給源で注入口の圧力を OFF にします。
4. 加熱ゾーン（注入口、検出器、オーブン、バルブボックス）を室温まで冷却します。
5. セプタムが消耗したり汚れている場合は交換します。手順については、139 ページの「セプタムを交換する」を参照してください。
6. カラムとカラムライナーとインサートを取り外します。詳細は、21 ページの「カラムとトラップ」、137 ページの「ライナーの取り付け」、138 ページの「ガラスインサートを取り付ける」を参照してください。

7. 菱目ナットを緩めて外し、上に持ち上げます。O リングが中に見えます。硬化していたり、脆くなったり、ひび割れている場合は交換します。詳しくは、142 ページの「O リングを交換する」を参照してください。



8. オーブンリッド（上蓋）を開きます。オーブンの内側から光源をかざして、注入口の内面を照らしながら上から注入口の内面を見ます。堆積物が存在していれば、それらが見えるでしょう。
9. ブラシを注入口に挿入します。注入口の内壁をブラシで根気よく擦りすべての堆積物を取り除きます。溶媒でブラシを湿らせる必要があるかもしれません。圧縮空気または窒素を吹き付けて注入口を乾燥し、付着している汚染物を除去します。
10. 注入口の上部を元どおりに組み立て、菱目ナットを締めます。カラムを取り付けます。詳しくは、21 ページの「カラムとトラップ」を参照してください。
11. GC を、通常の操作条件に戻します。

注入口フローモジュールの交換

パージ付き充填注入口フローモジュールの交換は、スプリット / スプリットレス注入口モジュールの交換と同様の手順で行います。124 ページの「注入口フローモジュールの交換」を参照してください。

PTV のメンテナンス

注入口アダプタ

注入口の下部にある GRAPHPACK-2M コネクタ（注入口アダプタ）は、カラムの直径程度の大きさです。直径が違うカラムを取り付ける場合には、アダプタの交換が必要になります。

アダプタの番号は、アダプタの側面に刻印されています。カラムを入れることができる最も径が小さいアダプタを選択してください。各種アダプタの部品番号については、表 29 を参照してください。

表 29. PTV 注入口アダプタ

カラム内径	注入口アダプタ番号	数量	部品番号
200 µm	31	1	5182-9754
250 µm	45	1	5182-9761
320 µm	45	1	5182-9761
530 µm	70	1	5182-9762

注入口アダプタの交換方法

1. SERVICE メソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。それから以下も確認します：
   - 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
   - 検出器が ON になっている場合は、OFF にします。
2. アダプタからカラムナットを外します。注入口からナットとカラムを取り外します。
3. 6 mm レンチを使用して、注入口アダプタを取り外します。内部の銀シールをなくさないように注意してください。後で使用するためにアダプタを保管しておきます。

4. 取り付けるカラムに合う注入口アダプタを取り付けます。新しい銀シール（部品番号 5182-9763, 5 個入り）をアダプタに挿入し、アダプタを注入口に取り付けて手で締めます。6 mm レンチを使用して、さらにアダプタを 1/16 ～ 1/8 回転締めます。

   アダプタは締め過ぎないでください。アダプタに力を加えると、注入口が損傷を受けることがあります。アダプタに漏れがある場合には、銀シールを確認し、必要な場合は交換します。

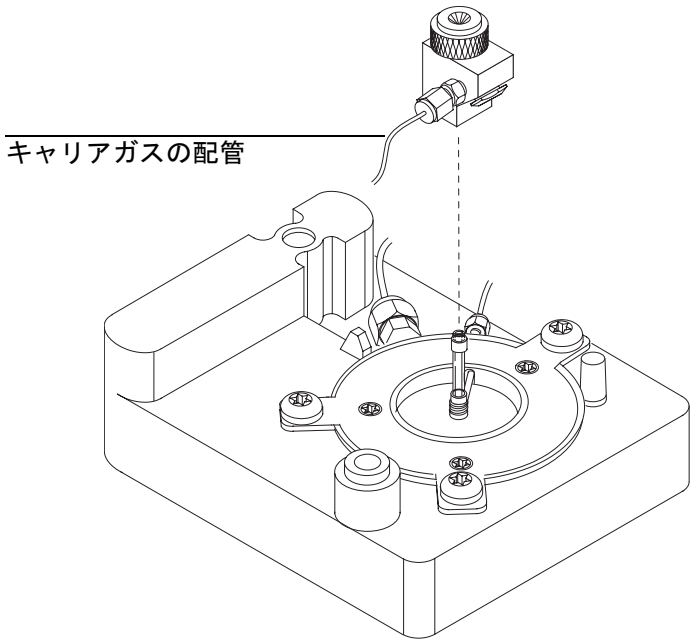
セプタムレスヘッド

このサンプリングヘッドでは、セプタムの代わりに逆止め弁でシリンジの挿入口を密封しています。自動注入またはマニュアル注入で使用できます。シリンジには、23 ゲージのニードルがついている必要があります（165 ページの「消耗品と交換可能な部品」を参照してください）。

セプタムレスヘッドを取り外す

1. SERVICE メソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。それから以下も確認します：
   - 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
   - 検出器が ON になっている場合は、OFF にします。
2. キャリアガスの配管を外します。
3. セプタムレスヘッドを反時計回りに回して、注入口から外します。

4. 新しいヘッドを注入口に取り付けます。手で 1/8 回転締めます。



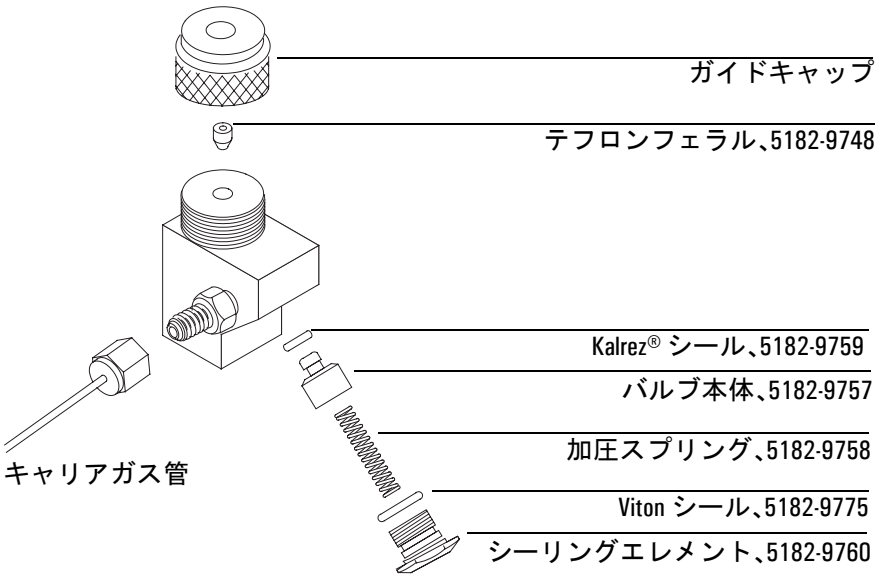
5. キャリアガスの配管を取り付けます。
6. サンプリングヘッドのすべての連結部で漏れを確認します。必要な場合はもう一度手で締めます。

セプタムレスヘッドのクリーニング

サンプル混合物の堆積物がヘッドにたまる場合があります。ほこりや削られた物質の粒子がシリンジニードルに蓄積し、漏れの原因となることもあります。定期的にクリーニングを行うことをお勧めします。

1. SERVICE メソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。それから以下も確認します :
   - 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
   - 検出器が ON になっている場合は、OFF にします。
2. キャリアガスの配管を外し、注入口ヘッドを回して外します。

3. シーリングエレメントをヘッドから外します。Viton シールと加圧スプリングを慎重に外します。



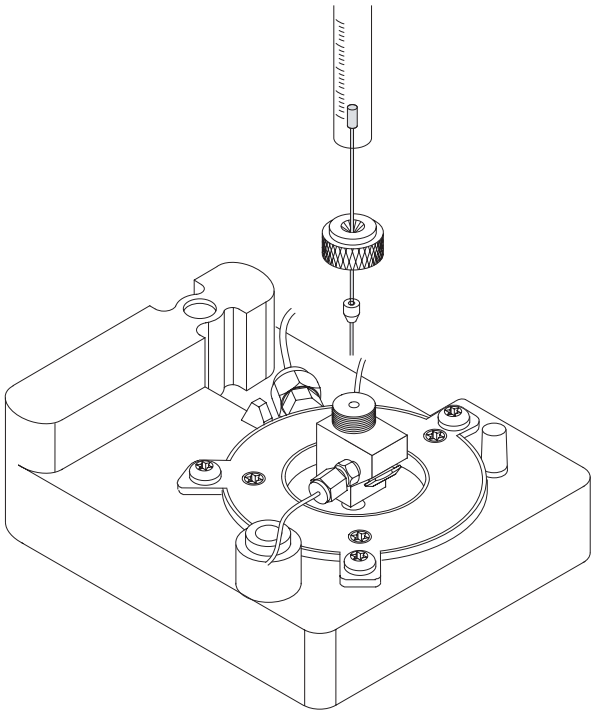
4. ガイドキャップをヘッドから外し、テフロンフェラルを取り外します。

注意 バルブ本体先を引き出すのにとがった物を使用しないでください。傷が付くと漏れの原因になります。

5. 23 ゲージのニードルがついたシリンジを慎重にヘッドに挿入し、バルブ本体を Kalrez シールのついたバルブ本体がヘッドから少しだけ突き出るようにします。ヘッドの柔らかくて平らな面を軽くたたき、指でつまめる程度までバルブ本体が完全に抜けた状態にします。
6. バルブ本体からシールを取り外します。
7. すべての部品をヘキサンで慎重にクリーニングします。
8. 逆の手順でヘッドを組み立てます。この作業は完全に毛羽立たない環境で行い、シールと加圧スプリングに傷を付けないようにしてください。
9. この機会にテフロンフェラルを確認します。交換が必要な場合は、154 ページを参照してください。
10. システム全体の漏れを確認し、必要な場合はシリンジニードルがついた状態でガイドキャップを少しだけ慎重に締めるか、Kalrez シールを交換します。
11. シリンジを挿入したときにヘッドに漏れがある場合には、テフロンフェラルに問題があります。シリンジを挿入していない状態でヘッドに漏れがある場合には、シールを交換する必要があります。

テフロンフェラルの交換

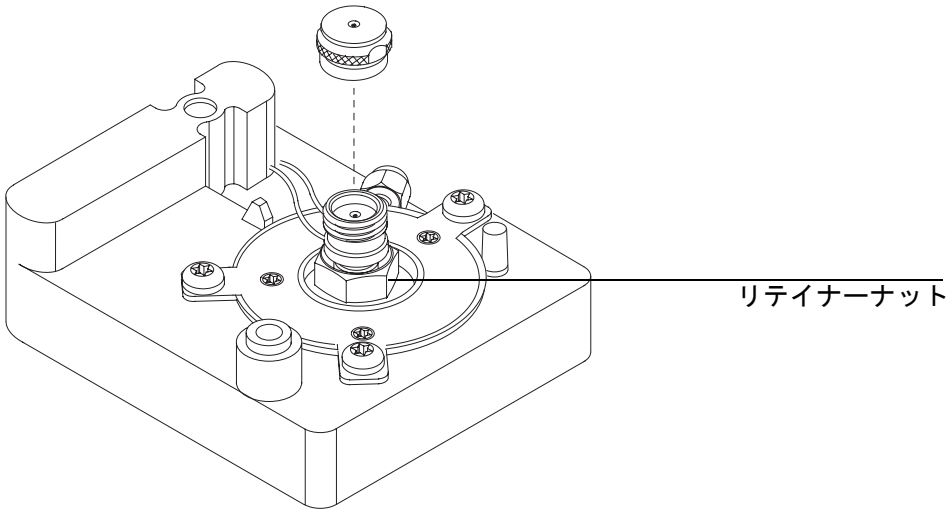
1. SERVICE メソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。それから以下も確認します :
   - 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
   - 検出器が ON になっている場合は、OFF にします。
2. ガイドキャップをセプタムレスヘッドから外し、テフロンフェラルを取り外します。



3. ガイドキャップと新しいテフロンフェラルをシリンジニードルの上からを押し、ニードルの先端が少なくとも 10 mm 出るようにします。
4. シリンジニードルの先端をセプタムレスヘッドに挿入し、フェラルとセプタムレスヘッドが接触した状態にします。
5. 初めに抵抗が感じられるまで、ガイドキャップを締めます。
6. シリンジニードルを完全に挿入して、漏れを確認します。
7. 必要な場合は、注入口の漏れが止まるまでガイドキャップを慎重に締めます。

セプタムレスヘッド

セプタムヘッドでは、通常のセプタムか Merlin Microseal を使用してシリンジの挿入口を密封します。ガスの流れはセプタムの内部を通り、空圧モジュールのセプタムパージベントを通って出て行きます。



セプタムヘッドを取り外す

セプタムヘッドは自由に回転するリテイナーナットで注入口に取り付けられています。

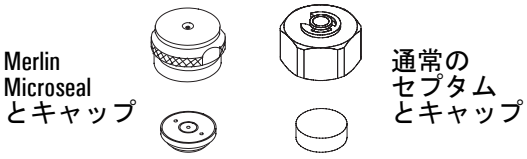
1. SERVICE メソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。それから以下も確認します :
   - 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
   - 検出器が ON になっている場合は、OFF にします。
2. 5/8 インチレンチを使用して、セプタムヘッド上のリテイナーナットを緩めます。
3. セプタムヘッドアセンブリを注入口から慎重に取り外します。1/16 インチの配管をあまり曲げすぎないように注意してください。最も良いのは、ヘッドを持ち上げて注入口が見えるようにし、どちらかの側に押して手が届くようにすることです。
4. セプタムヘッドを取り付けるには、ヘッドと注入口の位置をゆっくりと合わせ、手で注入口にナットを固定します。
5. ナットは簡単に回ります。抵抗が感じられる場合は、いったん逆に回して再度試みます。力を入れすぎると、修復不可能な損傷を注入口に与える場合があります。
6. リテイナーナットを手でさらに 1/2 回転締めます。
7. すべての接続部に漏れがないか確認してください。必要な場合は、漏れがなくなるまでリテイナーナットをもう 1/4 回転締めてもかまいません。

セプタムの交換

セプタムヘッドでは、通常のセプタムか Merlin Microseal™ を使用できます。

注入口の温度を 40 ℃ 以下に設定する場合には、Merlin Microseal では有効に密封できません。注入口の温度を 40 ℃ 以下にする場合には、注入口のシールには通常のセプタムを使用してください。

1. セプタムを交換する前に、注入口を室温まで冷却します。SERVICE メソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。それから以下も確認します :
   - 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
   - 検出器が ON になっている場合は、OFF にします。
2. 注入口ツールか手で、セプタムキャップまたは Merlin を反時計回りに回します。セプタムヘッドが回り始めたら、キャップが外れるまで手で支えます。
3. セプタムヘッドの内側を傷つけないように注意しながら、セプタムまたは Merlin Microseal を取り外します。
4. 新しいセプタムまたは Merlin Microseal と、それに合ったキャップを取り付けます。Merlin Microseal を取り付ける場合には、金属の部品が見える側が下になるように注意してください。



5. キャップに漏れがないか確認し、必要な場合は、締め直します。

ガラス注入口ライナー

ライナーは、サンプルを蒸着させるための部屋です。表 30 に、PTV 注入口で使用できるライナーの一覧を示します。

表 30. PTV 注入口ライナー

種類	注入容量	不活性	数量	部品番号
オープンバフルライナー	最少	不活性度高	10	5182-9751
シラン処理グラスウールが充填されたライナー	大容量	不活性度低	10	5182-9752
非充填ライナー、使用者が充填	充填に依存		10	5182-9753

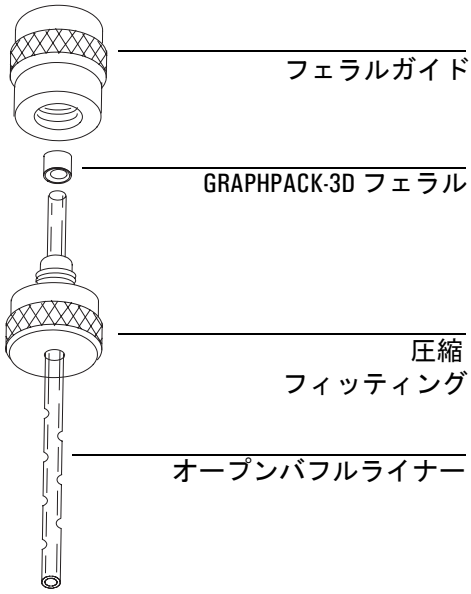
種類	注入容量	ガラスの種類	グラスウール充填 *	主な利用目的	部品番号
シングルバフルライナー	180 µL	不活性ホウ珪酸ガラス	あり	大量の注入向き、ただしきわめて活性な化合物には不向き	5183-2038
シングルバフルライナー	200 µL	不活性ホウ珪酸ガラス	なし	汎用	5183-2036
マルチバフルライナー	150 µL	不活性ホウ珪酸ガラス	なし	活性化合物、薬品、農薬	5183-2037
フリットガラスライナー	150 µL	不活性ホウ珪酸ガラス	なし	大量の注入向き、ただし最も活性な化合物を除く	5183-2041

* シラン処理グラスウール 10 gm（残留農薬分析級）部品番号 5181-3317

ライナーの交換

1. ヘッドを注入口から取り外します。「セプタムレスヘッドを取り外す」または「セプタムヘッドを取り外す」を参照してください。
2. ライナーを GRAPHPACK フェラルでつかみます。ライナーとフェラルを取り出します。

3. 取り付けツール（部品番号 G2617-80540）を 2 つに緩め、フェラルガイドと圧縮フィッティングを緩めます。



4. 圧縮フィッティングを、新しいライナーの長いほうの先端から、より糸をライナーの先端に向けた状態で通します。
5. GRAPHPACK-3D フェラルを、へこんだグラファイトのほうを圧縮フィッティングに向けた状態で、ライナーの同じ側に取り付けます。フェラルをライナーライナーに通し、フェラルからライナーが 2mm 程度見える状態にします。
6. 圧縮フィッティングをフェラルのところまでスライドさせます。圧縮フィッティングにフェラルガイドをあててゆっくりと手で締めます。
7. フェラルガイドを緩めて外します。圧縮フィッティングをライナーの逆側にスライドさせて外します。これで、ライナーが 1 mm 程度見えた状態にライナーがセットされているはずです。フェラル内のグラファイトが金属のカラーの上部と同じ高さになっていることを確認します。
8. ガラスライナーを注入口に上から挿入し、フェラルの充填されていない側が注入口の上部に載った状態にします。
9. 必要な場合は、サンプリングヘッドを取り外して配管をつなぎ直します。
10. すべての接続部に漏れがないか確認します。必要な場合は、もう一度手で締めます。

スプリットベントトラップフィルタカートリッジの交換

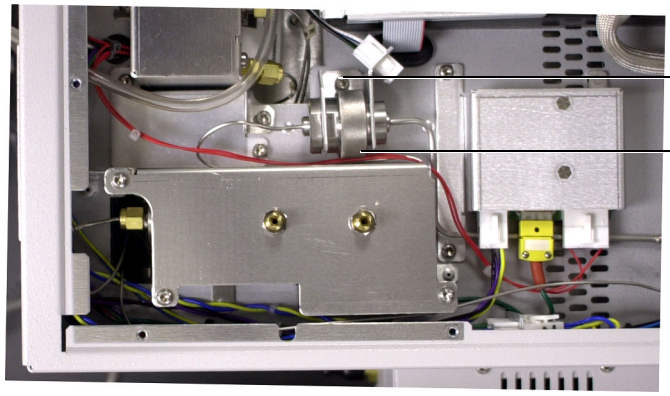
警告

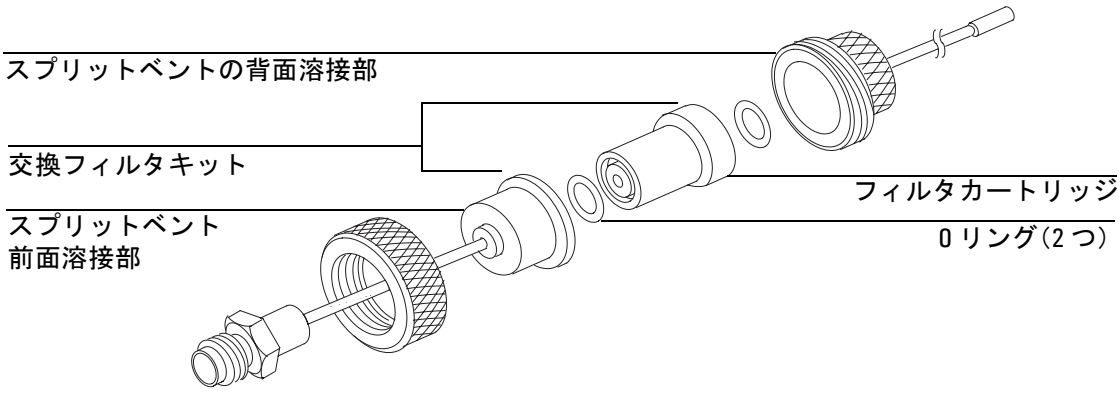
スプリットベントトラップには、GC で分析した試料や他の残留物が残っている場合があります。トラップフィルタカートリッジの交換でこのような種類の物質を扱う場合には、安全手続きに従ってください。

工具類と材料

- トルクス（T-20）ドライバ
- 交換フィルタキット

1. SERVICE メソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。
2. リッドトップカバーを取り外します。
3. スプリットベントトラップクランプを止めているネジを取り外し、クランプを取り外します。
4. 真ちゅうのリングナットのネジを外し、カートリッジアセンブリ（O リングとフィルタカートリッジ）を取り外します。





5. 2 つの O リングおよびフィルターカートリッジを交換します。
6. 漏れがないかチェックします。

注入口フローモジュールの交換

PTV 注入口フローモジュールの交換は、スプリット / スプリットレス注入口モジュールの交換と同様の手順で行います。124 ページの「注入口フローモジュールの交換」を参照してください。

ガス配管の気密漏れテスト

ガス配管に漏れがあると、クロマトグラフの結果は劇的に影響を受けます。以下の手順では 配管システム（注入口マニホールドを含まない）の漏れをチェックします。システムのこの部分で漏れが無いことが判明したら、次の手順として、注入口と注入口マニホールドをチェックします。

注意 液体の漏れ検出液の使用は、特に清浄さが極めて重要な部分では、お勧めできません。漏れ検出液を使用する場合は、液をすぐに洗い流して石鹸膜を取り去ってください。

工具類と材料

- 使用するガスの種類を検出できる電子式リークデテクタまたは液体の漏れ検出液。液体の漏れ検出液を使用する場合は、テスト終了後、付着している液体を取り除いてください。
- 2 本の 7/16 インチレンチ

手順

警告 液体の漏れ検出液を使用する場合は、感電による危険を避けるため、GC を OFF にし、電源コードの接続を外します。電気の配線、特に検出器や注入口ヒーターのリード線に漏れ検出液が掛からないよう気を付け細心の注意を払ってください。

1. リークデテクタを使用して、各接続箇所に漏れがないかをチェックします。
2. 漏れがあれば、接続を締め直して漏れを止めます。もう一度接続部の漏れをテストします。すべての接続で漏れがなくなるまでこれを繰り返します。

PTV 注入口の漏れテスト

注入口には漏れるおそれのある多くの箇所があります。この手順では、注入口全体で許容できない漏れがあるかどうかを決定します。注入口が漏れている場合は、リークデテクタを使用して、漏れているコンポーネントを正確に指摘する必要があります。

コントロールモジュールにアクセスできる場合は、このテストは自動的に実行で

きます。詳細についてはコントロールモジュールのマニュアルを参照してください。コントロールモジュールのテストプログラムにより、以下で説明するハードウェアタスクを完了するよう指示されます。

警告 注意してください！オーブンや注入口が高温になっていると火傷します。

必要な器材：

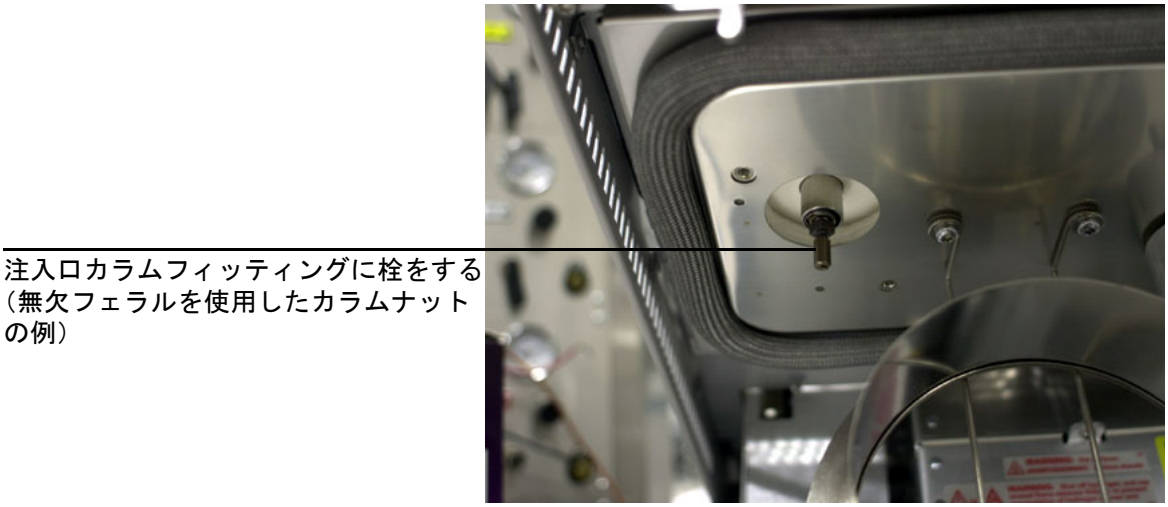
- 7/16 インチレンチ
- 手袋（注入口が熱い場合）
- セプタムナットレンチ（部品番号 19251-00100）
- 9/16 インチレンチ
- 1/8 インチ無穴 Vespel タイプフェラル、0100-1372
- 1/16 インチ無穴 Vespel タイプフェラル、5181-7458
- 1/8 インチ Swagelok ナット、5180-4103
- キャピラリカラム
- セプタム
- カラムカット、5181-8830
- グラファイト入り Vespel 無穴フェラル、5020-8294

手順

1. サービスメソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。それから以下も確認します：
   - 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
   - 検出器が ON になっている場合は、OFF にします。
2. ガス供給源で注入口の圧力を OFF にします。
3. カラムが取り付けられている場合はそれを取り外し、カラムフィッティングにカラムナットと無穴フェラルで栓をします。
4. 古いセプタムを取り除き、新しいセプタムに置き換えます。手順は、「セプタムの交換」を参照してください。
5. オーブン内の注入口フィッティングからカラムを取り外します。
6. セプタムヘッドが取り付けられている場合で、セプタム（またはマイクロシール）の品質とガラスライナーの GRAPHPACK-3D フェラルの品質が不明な場合には、ここで交換します。

7. 注入口のカラムフィッティングとセプタムパージベント（セプタムヘッドのみ）に栓をします。無穴 Vespel タイプフェラル 1/8 インチ（部品番号 0100-1372）と 1/16 インチ（部品番号 5181-7458）に、1/8 インチ Swagelok ナット（部品番号 5180-4103）とキャピラリカラムナットを組み合わせて取り付けます。

   セプタムパージベントでは、部品で栓をするのではなく、1/8 インチ Swagelok キャップを使用することもできます。注入口カラムフィッティングには、ペーパークリップほどの大きさの硬質の針金がついたキャピラリカラムナットと、内径 0.5 mm のグラファイトフェラルを使用することができます。



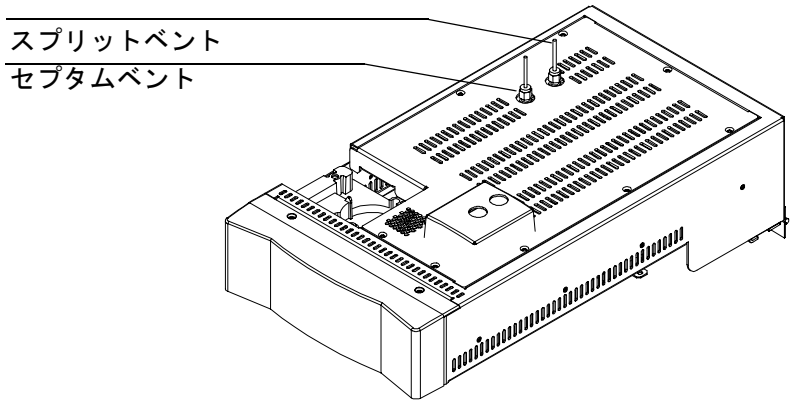


図 29. 注入口の下部とセプタムパージベントに栓をする

8. キャリアガスの供給源での圧力が少なくとも 35 psi 以上であることを確認しておきます。キャリアガスの供給圧力は、希望する設定値よりも常に 10 psi 以上大きくする必要があります。

9. コントロールモジュールかデータシステムを使用して、注入口をテスト用にコンフィグレーションします。
   a. 注入口を「スプリットモード」に設定します。
   b. カラムの長さを 0 としてカラムをコンフィグレーションします。
   c. 注入口の総流量を 60 mL/ 分に設定します。
   d. 圧力を 25 psi にセットします。
   e. 注入口温度を通常の操作温度に設定します。
10. 平衡に達するまで約 15 秒間待ちます。

    圧力が設定値に達しない場合は、システムに大きな漏れがあるか、供給圧力が充分高くないかのどちらかです。
11. コントロールモジュールかデータシステムを使用して、注入口圧を OFF にします。

    フローコントローラと背圧バルブの両方が閉じます。
12. コントロールモジュールかデータシステム「実際の」数値をメモして、圧力を 10 分間監視します。
    - 圧力の降下が 0.5 psi 未満の場合は、システムは気密です。
    - もし圧力降下が 0.5 psi よりかなり大きい場合は、漏れの箇所を発見して止める必要があります。ただし、内部注入口の容積に基づいて、漏れテストの時間を少し短縮してもかまいません。内部注入口の容積は、使用するライナーの種類で変わります（容積が小さい場合は漏れテストの時間は短くて良い）。163 ページの「漏れを止める」を参照してください。
13. システムが気密であると判断したら、栓を取り外し、カラムを取り付け直し、その寸法をキーボードからコンフィグレーションし、必要な圧力と流量を設定します。

漏れを止める

必要な器材：

- ガスの種類に合った電子式リークデテクタ
- 注入口で漏れのある部品を締めるのに使用するツール（漏れが検出された場合）

1. 電子式リークデテクタを使用して、注入口で漏れの可能性がある全ての箇所をチェックします。
2. 漏れている箇所箇所があれば、緩んでいる接続を締め直します。漏れテストを繰り返す必要があるかもしれません。

   圧力の降下が 0.5 psi 以下になれば、注入口システムは漏れがないものとみなすことができます。圧力降下が許容できる割合より速い場合は、漏れ箇所の探索を継続し、圧力テストを繰り返します。すべてのフィッティング

で漏れが無いことが判明しているにもかかわらず注入口システムでまだ急速な圧力降下が見られる場合は、注入口マニホールドを交換する必要があるかもしれません。

漏れの可能性がある場所

注入口システムの漏れを確認する際には、以下の場所を確認してください。

オーブン内

- 注入口の下部に栓が付いていることを確認する。

注入口

- セプタム（セプタムヘッドのみ）
- 注入口の下部にある、下部注入口シール
- 注入口ライナーのフェラル
- キャリアガスとセプタムパージ用の配管（セプタムヘッドのみ）

EPC モジュール

- 注入口の流路系の配管がモジュールに接続されているブロック後面の O リング
- セプタムパージキャップ（セプタムヘッドのみ）
- ケミカルトラップ O リング
- マニホールドフィッティング内の O リング

スプリットベントラインの詰まりの確認

時間がたつにつれ、凝縮性蒸気などの破片によりスプリットベントライン（トラップを含む）に詰まりが発生することがあります。コントロールモジュールが使用できる場合には、自動テストを実行して、注入口を使用する上で問題となるスプリットベントラインの詰まりを確認することができます。詳細についてはコントロールモジュールのマニュアルを参照してください。コントロールモジュールのテストプログラムにより、160 ページの「PTV 注入口の漏れテスト」の内容と同様なハードウェアタスクを完了するよう指示されます。

消耗品と交換可能な部品

表 31 に、注文可能な PTV 部品の一覧を示します。

表 31. PTV の消耗品と交換可能な部品

説明	数量	部品番号
セプタムレスヘッドアセンブリ	1	G2617-60507
サービスキット	1	5182-9747
バルブ本体	1	5182-9757
加圧スプリング	1	5182-9758
Kalrez シール	1	5182-9759
テフロンガイド	1	5182-9748
シーリングエレメント	1	5182-9760
ライナー用 GRAPHPACK-3D フェラル	5	5182-9749
GRAPHPACK-3D フェラル取り付けツール	1	G2617-80540
シングルバフルライナー	1	5183-2038
シングルバフルライナー	1	5183-2036
マルチバフルライナー	1	5183-2037
フリットガラスライナー		5183-2041
GRAPHPACK-2M 注入口アダプタ、カラム内径 0.2 mm	1	5182-9754
GRAPHPACK-2M 注入口アダプタ、カラム内径 0.32/0.25 mm	1	5182-9761
GRAPHPACK-2M 注入口アダプタ、カラム内径 0.53 mm	1	5182-9762
GRAPHPACK-2M 注入口アダプタ銀シール	5	5182-9763
GRAPHPACK 注入口アダプタ用ナット	5	5062-3525
GRAPHPACK-2M 注入口アダプタ用フェラル、カラム内径 0.2 mm	10	5182-9756
GRAPHPACK-2M 注入口アダプタ用フェラル、カラム内径 0.25 mm	10	5182-9768
GRAPHPACK-2M 注入口アダプタ用フェラル、カラム内径 0.32 mm	10	5182-9769
GRAPHPACK-2M 注入口アダプタ用フェラル、カラム内径 0.53 mm	10	5182-9770
シリンジ		
5 µL、23 ゲージ固定ニードル	1	9301-0892
10 µL、23 ゲージ固定ニードル	1	9301-0713
10 µL、テフロンチップ付きプランジャ、23 ゲージ固定ニードル	1	5181-8809
10 µL、テフロンチップ付きプランジャ、23 ゲージ交換型ニードル	1	5181-8813
25 µL、テフロンチップ付きプランジャ、23 ゲージ固定ニードル	1	5183-0316
25 µL、テフロンチップ付きプランジャ、23 ゲージ交換型ニードル	1	5183-0317
50 µL、テフロンチップ付きプランジャ、23 ゲージ固定ニードル	1	5183-0318
50 µL、テフロンチップ付きプランジャ、23 ゲージ交換型ニードル	1	5183-0319
セプタムおよびシール		
Merlin マイクロシールスタータキット（キャップ + マイクロシール 1 つ）	1	5182-3442
Merlin マイクロシール交換部品	1	5182-3444
11-mm セプタム、赤	25	5181-1263

Cool On-Column 注入口のメンテナンス

Cool On-Column 注入口のメンテナンスには、インサートの交換、セプタムの交換、注入口コンポーネントのクリーニング、システムの漏れの確認と防止が含まれます。

Cool On-Column 注入口のハードウェア（図 30 を参照）は、マニュアル注入と自動注入のどちらを行うのは、使用するニードルに種類、使用するカラムの大きさによって異なります。

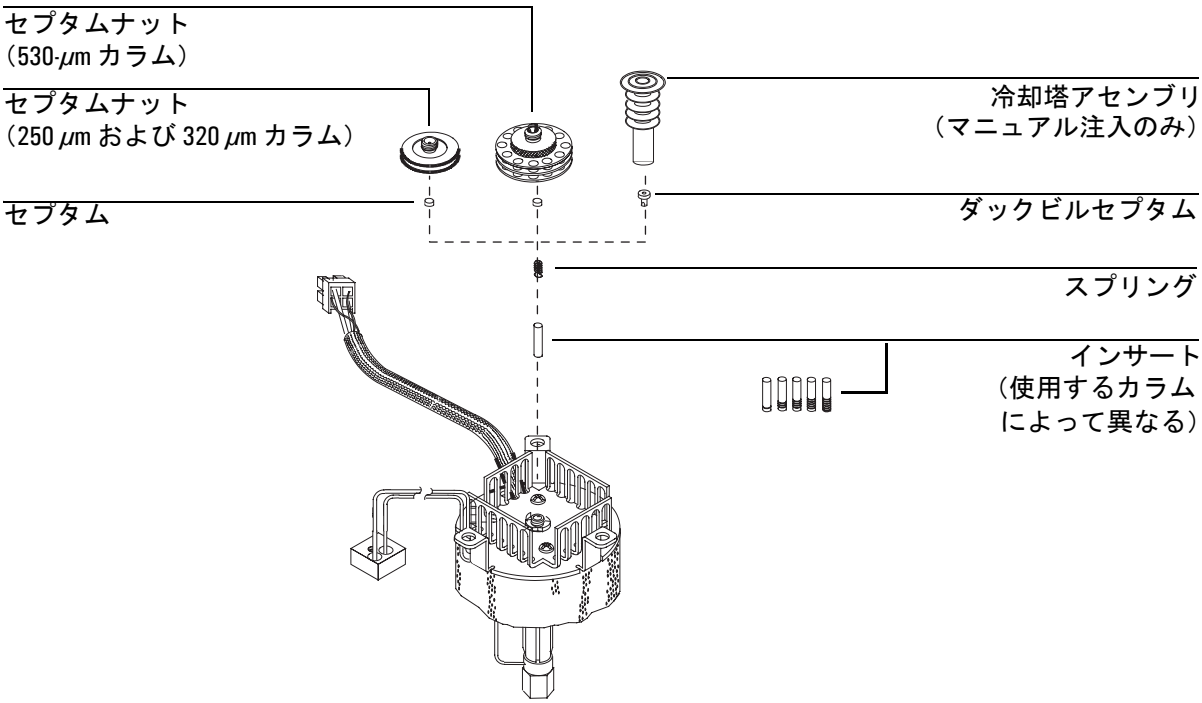


図 30.　Cool On-Column 注入口

ハードウェア

サンプルを直接カラムに注入することになるため、ハードウェアのほとんどは使用するカラムの内径で決まります。注入法をマニュアルと自動のどちらにするのかも決める必要があります。表 32 に、ハードウェアを選ぶためのチェックリストと、ハードウェアの取り付け手順とサンプルの注入手順が記載されている場所を示します。

自動サンプラを使用して 250 µm/320 µm のカラムで自動注入を行う場合には、Cool On-Column で使用するためにアダプタが必要になります。詳しくは、228 ページの「Cool on-column 注入に適合させる」を参照してください。

表 32. ハードウェアと手順のチェックリスト

自動注入	セプタムナットを使用したマニュアル注入	冷却塔を使用したマニュアル注入
ハードウェア		
部品番号については、表 33 を参照してください。 r セプタムナット r インサート r ステンレスニードル	部品番号については、表 33 を参照してください。 r セプタムナット r 無穴セプタム r インサート r ステンレスニードル	部品番号については、表 34 を参照してください。 r 冷却塔 r ダックビルセプタム r インサート r 熔融シリカニードル（200 µm 以上のカラム） または r ステンレスニードル（250 µm 以上のカラム）
手順のある場所		
r 173 ページの「インサートを取り付ける」 r 173 ページの「セプタムナットまたは冷却塔とセプタムを交換する」 r 170 ページの「ニードルに対するカラムの大きさを確認する」	r 173 ページの「インサートを取り付ける」 r 173 ページの「セプタムナットまたは冷却塔とセプタムを交換する」 r 171 ページの「セプタムナットを使用したマニュアル注入」	r 173 ページの「インサートを取り付ける」 r 173 ページの「セプタムナットまたは冷却塔とセプタムを交換する」 r 171 ページの「冷却塔を使用したマニュアル注入」（下部）および 174 ページの「熔融シリカシリンジニードルの交換」

セプタムナットを使用した自動注入またはマニュアル注入

使用するカラムの内径を元にニードル、セプタムナット、インサートを選択します。表 33 を参照して、正しいハードウェアを選択してください。

表 33. ステンレスニードルを使用した自動注入またはマニュアル注入

カラムの種類と内径	ニードル部品番号 *	セプタムナット部品番号 *	インサート部品番号 *
熔融シリカ :			
内径 530 μm	5182-0832**	G1545-80520	19245-20580（リングなし）
内径 320 μm	5182-0831	19245-80521	19245-20525（5 リング）
内径 250 μm	5182-0833	19245-80521	19245-20515（6 リング）
内径 200 μm	冷却塔とダックビルセプタムを使用		19245-20510（1 リング）
アルミ被覆 内径 530 μm	5182-0832	G1545-80520	19245-20780（4 リング）
ガラスキャピラリ			
内径 320 μm	5182-0831	19245-20670	19245-20550（3 リング）
内径 250 μm	5182-0833	19245-20670	19245-20550（3 リング）

* 交換型のニードルシリンジ（部品番号 5182-0836）を注文してください。マニュアル注入を行う場合には、プランジャボタン（部品番号 5181-8866）も注文する必要があります。

**530-μ カラムに注入するための、その他多数のニードルを使用することができます。詳細は、Agilent の消耗品と補用品のカタログを参照してください。

セプタム

マニュアル注入では無穴（5181-1261）を、自動注入では穴空きセプタム（5181-1260）を使用してください。

冷却塔とダックビルセプタムを使用したマニュアル注入

このタイプのマニュアル注入を行う場合には、熔融シリカニードルか、金属の交換型のステンレスニードルを使用してください。表 34 を参照して、正しいインサート、シリンジ、その他のハードウェアを選択してください。

表 34. マニュアル注入のハードウェア - 冷却塔とダックビルセプタム

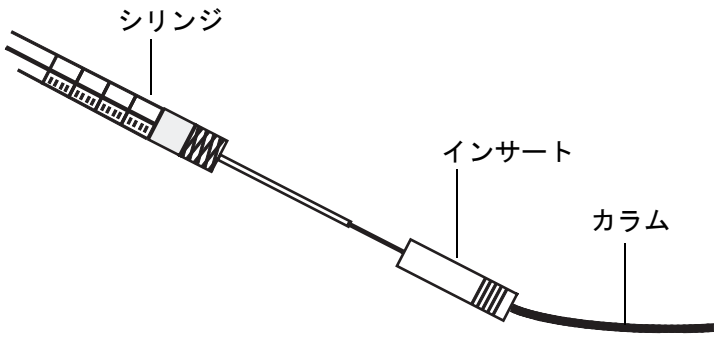
カラムの種類と内径	インサート（部品番号）
熔融シリカ :	
530 μm	19245-20580（リングなし）
320 μm	19245-20525（5 リング）
250 μm	19245-20515（6 リング）
200 μm	19245-20510（1 リング）
アルミ被覆、530 μm	19245-20780（4 リング）
ガラスキャピラリ	19245-20550（3 リング）
シリンジとニードル	
熔融シリカ用	
熔融シリカニードルシリンジ	9301-0658
交換用ニードル、熔融シリカ、0.18 mm（6 個入り）	19091-63000
交換用テフロン ® フェラル（シリンジ用）	0100-1389
ステンレスニードル用	
交換型ニードルシリンジ、10 μL	5182-9633
交換用ニードル、0.23 mm（3 個入り）	5182-9645
注入口ハードウェア	
冷却塔アセンブリ	19230-80625
ダックビルセプタム（内径 200-μm 以上のカラム用）	19245-40050

ニードルに対するカラムの大きさを確認する

注意 ここでの説明は、250 µm のカラムと 320 µm のカラムだけに当てはまります。

インサートの選択を終えたら、カラムを取り付ける前に、ニードルに対するカラムの大きさを確認して、ニードルがカラムと合っていることを確認します。小さなカラムにニードルを挿入する際には、ニードルを曲げてもかまいません。シリンジニードルと同じ大きさのニードルを使用して、使用予定のカラムの大きさが正しいことを検証します。

1. 正しいインサートを用意します。
2. 下図に示すように、カラムを一方からインサートに挿入します。



3. シリンジニードルを、インサートの反対側からカラムまで挿入します。ニードルがカラムに楽に挿入できない場合には、インサートを逆にして、ニードルとカラムを逆側から挿入します。

ニードルがまだカラムに挿入できない場合には、カラムが正しくない可能性があります。カラムのラベルが正しいか確認して、別のカラムを試します。

セプタムナットを使用したマニュアル注入

注入を始める前に、取り付けられているセプタムナットとセプタムが正しいことを確認します。

1. シリンジニードルをサンプルに浸し、シリンジプランジャを押して、バレルとニードルから空気を追い出します。
2. サンプルをシリンジに吸い上げます。
3. ニードルをサンプルから取り出し、空気を約 1 µL 程度シリンジに吸い込みます。
4. ニードルがぬれている場合には拭き取ります。
5. ニードルをセプタムナットにまっすぐ挿入し、セプタムを通って、奥に突き当たるまで完全に注入口に挿入します。
6. 分析を開始し、シリンジプランジャをできるだけ早く押し下げて、注入口からニードルを抜きます。

これらの手順は、よどみなく、速やかに行ってください。

冷却塔を使用したマニュアル注入

熔融シリカニードルまたは交換型ステンレスニードルを使用して注入する場合には、注入口に必ず冷却塔アセンブリととダックビルを取り付けます。イニシャル圧力は、207 kPa（30 psi）未満に設定します。圧力が高いほど、ニードルが挿入しにくくなります。

1. シリンジニードルをサンプルに浸し、シリンジプランジャを押して、バレルとニードルから空気を追い出します。
2. サンプルをシリンジに吸い上げます。ニードルの穴は細いため、液体が通るのに時間がかかります。
3. ニードルをサンプルから取り出し、空気を約 1 µL 程度シリンジに吸い込みます。溶媒でぬれたニードルをティッシュで拭きます。
4. 冷却塔の上部を鉛筆で押して、ダックビルを開きます。

警告 冷却塔は熱いので注意してください！

5. 冷却塔を押し下げて、ニードルを完全に注入口に挿入します。コントロールテーブルに表示される圧力値が下がる場合があります。

   ニードルが完全に挿入できない場合には、シリンジを回転させて、冷却塔の圧力を少しだけ下げます。

   それでもニードルを挿入できない場合には、ダックビルの開口部が固着している可能性があります。ダックビルを取り外し、手で開いてから取り付けてみてください。

6. ニードルをカラムに挿入したら、冷却塔を放して、ニードルをさらに挿入します。ダックビルの背圧で挿入したニードルの周りが密封されるまで、1 ～ 2 秒待ちます。
7. 分析を開始し、シリンジプランジャをできるだけ早く押し下げて、注入口からニードルを抜きます。

Cool On-Column 注入口ハードウェアでの問題

注入口の冷却に非常に時間がかかる

- 注入口ファンが動作していないか、GC リッドの外に向かって上向きに風が起きています。ファンが動作していることを確認します。動作していない場合には、Agilent サービスエンジニアにご連絡ください。

注入口が設定した温度に達しない

- 温度平衡時間を確認します。平衡時間が短すぎると、注入口が発信を起こします。温度平衡時間を長くします。
- 冷媒冷却が OFF になっていることを確認します。冷媒冷却を使用していない時に OFF にしないと、注入口とオーブンが設定温度に達することができません。特に設定温度が室温に近い場合にそうなります。冷媒冷却を OFF にしたにもかかわらずまだ設定温度に達しない場合には、Agilent サービスエンジニアに連絡してください。

注入の際にシリンジニードルが曲がる

- 注入の前にシリンジニードルが壊れた可能性があります。注入の前にシリンジを確認して、ニードルがまっすぐになっていることを確かめます。
- ニードルサポートアセンブリが正しく取り付けられていることを確認します
- 正しいインサートが正しく取り付けられていることを確認します。
- 注入口セプタムとセプタムナットの位置が合っていることを確認します。
- 注入口セプタムの穴が閉じている可能性があります。その場合にはセプタムを交換します。

GC 自動液体サンプラ（GC ALS）を使用している場合 :

詳細は、GC ALS のマニュアルを参照してください。

- サンプラバイアルの押しつけが強すぎる場合があります。
- ニードルガイドに摩耗や損傷の跡がないか確認します。必要な場合は、ニードルガイドを交換します。
- 注入口と自動サンプラの位置が合っていることを確認します。

セプタムナットまたは冷却塔とセプタムを交換する

インサートを交換する必要がある場合には、次のセクション「インサートを取り付ける」も参照してください。

1. [Oven] を押して、オーブンを 35 ℃ に設定します。設定温度に達したら、オーブンを OFF にします。[Front Inlet] または [Back Inlet] を押して、注入口温度と圧力を OFF にします。

警告 注意してください！注入口フィッティングが高温になっていると火傷します。

2. 注入口上部のセプタムナットか冷却塔アセンブリを探し、取り外します（図 30 参照）。冷却塔を使用している場合には、3 つのリングをつまんで緩めます。セプタムナットを使用している場合には、菱目ナットをつまんで緩めます。

   注入口の基部に小さなスプリングがあります。スプリングがセプタムナットに固着している場合には、注入口の基部に戻します。

3. セプタムナットを使用している場合には、古いセプタムをピンセット、へもスタット、セプタムリムーバーで取り出します。新しいセプタムを取り付けるにはピンセットを使用します。セプタムを、正しくはまるまでセプタムナットに押し込みます。

   冷却塔アセンブリを使用している場合には、ダックビルセプタムと探し、注入口ベースに取り付け、ダックビルがコイルスプリングの内部に挿入されるようにします。

4. セプタムナットまたは冷却塔アセンブリを取り付け、しっかりと締めます。
5. 注入を行う前に、アセンブリ全体の位置が合っていることを確認します。

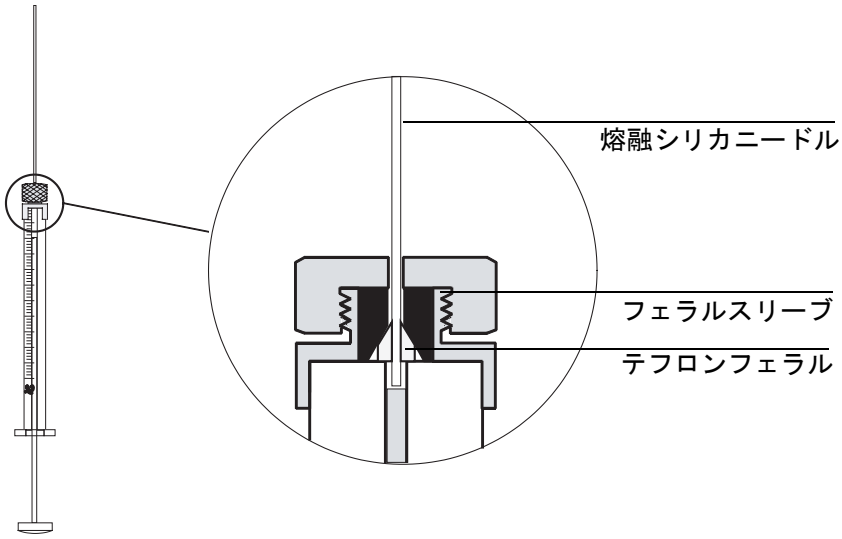
インサートを取り付ける

1. インサートを選択します。インサートの選択については、表 33 または表 34 を参照してください。
2. [Oven] を押して、オーブンを 35 ℃に設定します。設定温度に達したら、オーブンを OFF にします。[Front Inlet] または [Back Inlet] を押して、注入口温度と圧力を OFF にします。
3. カラム、カラムナット、フェラルを取り外します。
4. 注入口上部のセプタムナットか冷却塔アセンブリを探し、取り外します。セプタムがセプタムナットの中に残っている場合には、交換の必要がない限り、取り外さないようにします。必要な場合は、セプタムまたはダックビルを新しいものと交換します。詳細な手順については、175 ページの「セプタムを交換する」を参照してください。注入口セプタムナットまたは冷却塔アセンブリを脇に置きます。
5. 引き抜き用のワイヤを使用して注入口からスプリングを取り出し、脇に置きます。スプリングは、新しいインサートを所定の位置に保持するために使用しますので、なくしたり壊したりしないように注意してください。

6. ワイヤかカラムを使用して、古いインサートを下からゆっくりと押し、注入口から取り出します。後で使用するためにアダプタを保管しておきます。
7. 新しいインサートを上から注入口に入れます。
8. スプリングをインサートの上に載せます。
9. セプタムナットまたはダックビルセプタムと冷却塔アセンブリを取り付け、手で締めます。
10. カラム、ナット、フェラルを取り付けます。

熔融シリカシリンジニードルの交換

1. SERVICE メソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。それから以下も確認します：
   - 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
   - 検出器が ON になっている場合は、OFF にします。
2. シリンジを垂直に支え、熔融シリカニードルを、シリンジバレルの内部に見えるように挿入します。熔融シリカニードルをシリンジバレルに挿入できない場合には、テフロンフェラル（部品番号 0100-1389）がじゃまになっている可能性があります。フェラルを交換する必要があるかもしれません。プランジャを下に突き当たるまで押し下げます。ニードルはプランジャの先端と同じ高さにあっているはずです。



3. ニードルを挿入したら、残りのナットを手できつく 締めます。ニードルをゆっくりと挿入して、テフロンフェラルがニードルに密着していることを確認します。必要に応じリテイナーナットをさらに締めます。

4. ニードルが自由になる分だけリテイナーナットを緩めます。シリンジプランジャをゆっくりと押し下げて、ニードルがバレルの端に当たるようにし、リテイナーナットを手できつく締めます。
5. 溶媒を使用してシリンジを洗い流し、漏れや詰まりを確認します。
6. 漏れ（空気の泡が消えない）がある場合は、リテイナーナットをさらに締めることで止まる可能性があります。詰まり（または重大な漏れ）がある場合には、この手順を最初から繰り返す必要があります。

テフロンフェラルは、時間がたつと密封が弱くなる場合があります。その場合には、まずリテイナーナットを締め直して、それでも漏れがある場合は、新しいテフロンフェラルとニードルを取り付けます。

使用していない場合には、リテイナーナットを緩めて、漏れが早まるのを防止します。

交換用ニードルを直接熔融シリカカラム材から切り出している場合 :

1. ニードルを作るためのカラム材の外径は、オンカラム注入口の内径（0.23 mm）と、取り付けられているカラムの内径の両方より細いことが必要です。
2. カラム材は、活性の固定相を使用せずに洗浄することが必要です。
3. カラム材の端から 1/4 インチの部分に切り込みを入れます。端を折って捨てます。その後 115±5 mm の長さを測り、切り込みを入れ、折ってシリンジニードルとして使用します。

セプタムを交換する

セプタムに漏れがあると、リテンションタイムが長くなったりシフトしたり、レスポンスが少なくなったり、カラムヘッド圧が上がらなかったりする現象が起こります。さらに、検出器シグナルのノイズはますます大きくなります。

セプタムの使用可能な寿命は注入の頻度と使用するニードルの品質に依存します。ニードルのバリ、鋭いエッジ、荒い表面、鈍い先端はセプタムの寿命を減少させます。装置を毎日コンスタントに使用する場合は、毎日のセプタム交換をお勧めします。

使用するセプタムの種類は、クロマトグラフィーのニーズに依存します。セプタムは Agilent Technologies から購入できます、ご注文については Agilent の消耗品と補用品カタログを参照してください。

注意

セプタムを交換する手順は、cool on-column 注入口に冷却塔とセプタムナットのどちらを取り付けているかで違います。必ず注入口に合った手順に従ってください！

表 35. Cool On-Column 注入口で使用するセプタム

説明	部品番号
無穴セプタム（マニュアル注入および自動注入用）（50 個入り）	5181-1261
穴空きセプタム（自動注入用、25 個入り）	5181-1260
無穴セプタム（ブリード、温度最適化済み）（50 個入り）	5182-0745
ダックビルセプタム（マニュアル注入のみ、冷却塔とダックビルの使用が必須、10 個入り）	19245-40050

警告 注意してください！オーブンや注入口が高温になっていると火傷します。

注意 高温でカラムにキャリアガスが流れていないと、カラムは損傷します。この作業をする前に、オーブンを室温まで冷却しておきます。

必要な器材：

- 新しいセプタム - 部品番号については、表 35 を参照してください。
- ピンセット（または鉗子）
- 細い針金（直径 0.2 インチ、注入口からセプタムを取り出すために使用）

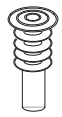
1. SERVICE メソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。それから以下も確認します：
   - 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
   - 検出器が ON になっている場合は、OFF にします。

分析の種類と注入の方法に応じて、注入口に以下のセプタムナットと冷却塔のどれかを取り付けます。

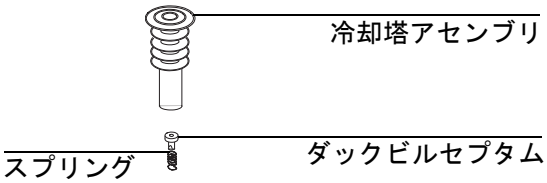
250 ～ 320 mm のカラムを使用した注入用のセプタム

530 mm のカラムを使用した注入用のセプタム

冷却塔アセンブリ（マニュアル注入のみ）

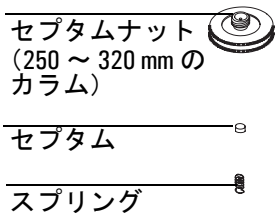


2. **冷却塔アセンブリが取り付けてある場合 :**
   冷却塔アセンブリをつまんで反時計回りに回し、取り外します。ダックビルセプタムは冷却塔の下のスプリングの中にあります。スプリングとセプタムは、冷却塔を外すと注入口の上に飛び出すことがあります。
   なくさないように注意してください。飛び出てこない場合には、細い針金を使用して注入口から取り出します。



   ダックビルセプタムをスプリングに挿入し、注入口に挿入します。冷却塔アセンブリを取り付けます。手で締めます。

3. **セプタムナットが取り付けてある場合 :**
   菱目ナットをつまんで反時計回りに回し、セプタムナットを取り外します。セプタムはセプタムナットについていることがあります。セプタムナットを取り外すと、スプリングが飛び出すことがあります。なくさないように注意してください。セプタムがついてこない場合場合には、ピンセットでつまんで取り出します。



スプリングが注入口の中にあることを確認します。ピンセットを使用して新しいセプタムをセプタムナットの底に置き、セプタムナットを注入口に取り付けます。ナットをしっかりと締めます。

4. 通常の GC の操作条件に戻します。

注入口のクリーニング

ほどんどの研究施設では空気中に糸くずやほこりが漂っており、冷却塔やセプタムナットに堆積して、注入口やシリンジニードルのカラムに侵入します。注入口内の粒状物質は、シリンジニードルのスムーズな挿入の妨げになります。カラムにゴミが入ると、クロマトグラフィーの結果に影響することがあります。

以下の手順に従って、ニードルガイド、スプリング、インサートのクリーニングを行ってください。

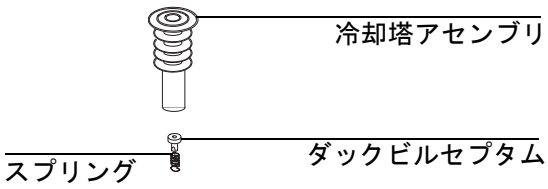
警告 注意してください！オーブンや注入口が高温になっていると火傷します。

必要な器材：

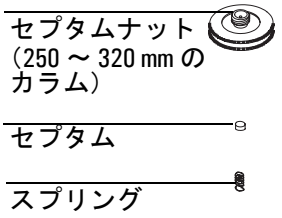
- 9/16 インチレンチ
- 細い針金（直径 0.02 インチ）またはキャピラリカラム（直径 250-µm）（スプリングとインサートを取り出すために使用）
- 小型の超音波洗浄器と水性の洗剤
- 蒸留水
- メタノール
- 圧縮乾燥清浄空気または窒素

1. SERVICE メソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。検出器が ON になっている場合は、OFF にします。
2. ガスの第一供給源で注入口のフローをすべて OFF にします。
3. GC を OFF にして、電源ケーブルを外します。
4. カラムを取り外します。41 ページの「Cool On-Column 注入口にカラムを取り付ける」を参照してください。

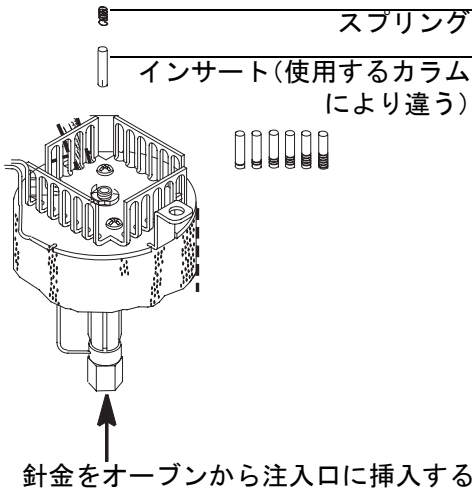
5. **冷却塔アセンブリが取り付けてある場合 :**
   冷却塔アセンブリをつまんで反時計回りに回し、取り外します。セプタムは冷却塔の下のスプリングの中にあります。スプリングとセプタムは、冷却塔を外すと注入口の上に飛び出すことがあります。なくさないように注意してください。飛び出てこない場合には、細い針金を使用して注入口から取り出します。



6. **セプタムナットが取り付けてある場合 :**
   菱目ナットをつまんで反時計回りに回し、セプタムナットを取り外します。セプタムはセプタムナットについていることがあります。セプタムナットを取り外すと、スプリングが飛び出すことがあります。なくさないように注意してください。



7. 細い針金（またはキャピラリカラム）をオーブンから注入口に挿入し、インサートとスプリングを注入口の外に押し出します（まだ出てきていない場合）。



8. クリーニング手順
   a. 超音波洗浄器に水性の洗剤を満たし、スプリングとインサートをその中に入れます。約 1 分間超音波で洗浄します。
   b. 水性の洗剤を排出し、蒸留水を入れます。
      約 1 分間超音波で洗浄します。
   c. 部品を取り出し、水とメタノールで洗い流します。
   d. 圧縮された空気か窒素を吹き付けて部品を乾燥させます。
9. インサートを取り付けます。セプタムナットを使用している場合には、スプリングを上にしてスプリングとインサートを挿入します。
10. 新しいセプタムをセプタムナットの下部に取り付けます。冷却塔を使用している場合には、新しいダックビルセプタムをスプリングに挿入し、スプリングを注入口に挿入します。
11. セプタムナットまたは冷却塔を取り付け、手で締めます。
    カラムを取り付けて、通常の操作条件に戻します。

注入口フローモジュールの交換

Cool On-Column 注入口フローモジュールの交換は、スプリット / スプリットレス注入口モジュールの交換と同様の手順で行います。124 ページの「注入口フローモジュールの交換」を参照してください。

ガス配管の気密漏れテスト

ガス配管システムに漏れがあると、クロマトグラフの結果は劇的に影響を受けます。以下の手順では 配管システム（注入口マニホールドを含まない）の漏れをチェックします。システムのこの部分で漏れがないことが判明したら、次の手順として、注入口と注入口マニホールドの漏れをチェックします。

注意

液体の漏れ検出液の使用は、特に清浄さが極めて重要な部分では、お勧めできません。漏れ検出液を使用する場合は、液をすぐに洗い流して石鹸膜を取り去ってください。

工具類と材料

- 使用するガスの種類を検出できる電子式リークデテクタまたは液体の漏れ検出液。液体の漏れ検出液を使用する場合は、テスト終了後、付着している液体を取り除いてください。
- 2 本の 7/16 インチレンチ

手順

警告 液体の漏れ検出液を使用する場合は、感電による危険を避けるため、GC を OFF にし、電源コードの接続を外します。電気の配線、特に検出器や注入口ヒーターのリード線に漏れ検出液が掛からないよう気を付け細心の注意を払ってください。

1. リークデテクタを使用して、接続した各接続箇所に漏れがないかをチェックします。
2. 漏れがあれば、接続を締め直して漏れを止めます。もう一度接続部の漏れをテストします。すべての接続で漏れがなくなるまでこれを繰り返します。
3. セプタムパージベントに 1/8 インチ Swagelok キャップをします。

Cool On-Column 注入口の漏れテスト

注入口には漏れるおそれのある多くの箇所があります。この手順では、注入口全体で許容できない漏れがあるかどうかを決定します。注入口が漏れている場合は、電子式リークデテクタを使用して、漏れているコンポーネントを発見します。

コントロールモジュールが使用できる場合は、このテストは自動的に実行できます。詳細についてはコントロールモジュールのマニュアルを参照してください。コントロールモジュールのテストプログラムにより、以下で説明するハードウェアタスクを完了するよう指示されます。

必要な器材：

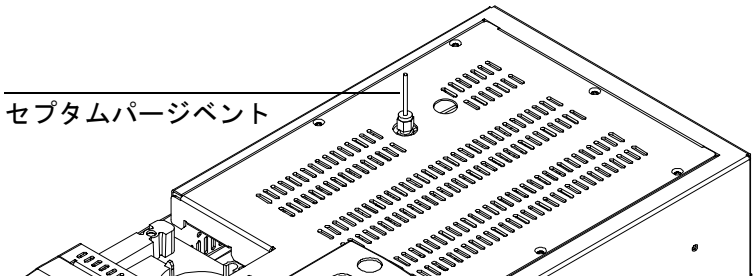
- 1/4 インチレンチ
- 手袋（注入口が熱い場合）
- 1/8 インチ真ちゅうナット、5180-4103
- 1/8 インチグラファイト入り Vespel 無穴フェラル、0100-1372
- カラムカット、5181-8830
- グラファイト入り Vespel 無穴フェラル、5020-8294

手順

警告 注意してください！オーブンや注入口が高温になっていると火傷します。

このテストは、設定値の編集にコントロールモジュールかケミステーション / Cerity Chemical を必要とします。

1. サービスメソッドを読み込むか、注入口とオーブンの温度を OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。それから以下も確認します :
   - 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
   - 検出器が ON になっている場合は、OFF にします。
2. ガス供給源で注入口の圧力を OFF にします。
3. カラムが取り付けられている場合はそれを取り外し、カラムフィッティングにカラムナットと無穴フェラルで栓をします。
4. 古いセプタムを取り除き、新しいセプタムに置き換えます。手順は、175 ページを参照してください。
5. キャリアガスの供給源での圧力が少なくとも 35 psi 以上であることを確認しておきます。
6. セプタムパージベントに 1/8 インチ Swagelok キャップをします。



7. コントロールモジュールまたはデータシステムを使用して、バルブ温度を通常の操作温度に設定します。
8. 注入口を通常の操作温度に設定します。

   注入口の圧力として 25 psi を設定値に入力します、あるいは、通常もっと高い圧力で操作している場合はその圧力を入力します。ガス供給源の圧力が、注入口の圧力よりも、少なくとも 10 psi 以上高いことを確認しておきます。設定した圧力に達しない場合には、漏れがあるか、ガス供給源の圧力が低すぎます。
9. システムが設定した圧力に達した後、GC が平衡状態になるまで数分待ちます。平衡に達すると、圧力は僅かに設定値を超える可能性があります。
10. 圧力または流量を OFF にします。カラムとセプタムパージフィッティングにキャップで栓をしているため、ガスはシステムで捕捉され、圧力はほぼ一定のままで保たれるはずです。
11. 圧力の変化を 10 分間モニタします。
    - 1.0 psi 以下（0.1 psi/ 分）の圧力降下であれば許容されます。

    圧力降下が 1.0 psi よりかなり大きい場合は、次のセクション 183 ページの「漏れを止める」に進んでください。

12. システムに漏れが無いことが確認されたら、接続と操作条件を通常の状態に戻します。

漏れを止める

必要な器材：

- ガスの種類に合った電子式リークデテクタ
- 注入口で漏れのある部品を締めるのに使用するツール（漏れが検出された場合）

1. 電子式リークデテクタを使用して、注入口で漏れの可能性がある全ての箇所をチェックします。
2. 漏れている箇所箇所があれば、緩んでいる接続を締め直します。漏れテストを繰り返す必要があるかもしれません。

圧力の降下が 0.3 psi 以下になれば、注入口システムは漏れがないものとみなすことができます。圧力降下が許容できる割合より速い場合は、漏れ箇所の探索を継続し、圧力テストを繰り返します。すべてのフィッティングで漏れが無いことが判明しているにもかかわらず注入口システムでまだ急速な圧力降下が見られる場合は、注入口マニホールドを交換する必要があるかもしれません。

漏れの可能性がある場所

注入口システムの漏れを確認する際には、以下の場所を確認してください（該当する場合）。

- 栓をしたカラム取り付け口
- セプタムとセプタムナット
- 冷却塔アセンブリ
- 1/4 インチフェラル（ライナー使用の場合）
- O リングとその接続
- 注入口に接続されているガス配管付近
- キャップを取り付けたパージベント
- 菱目ナット
- セプタムパージキャップ（セプタムヘッドのみ）
- キャリアガスとセプタムパージ用の接続（セプタムヘッドのみ）
- 注入口の下部にある、下部注入口シール
- 注入口の下部キャップ

日常のメンテナンス : 検出器

このセクションで説明するメンテナンス作業は、GC 内の検出器の保守を行うため、使用者が実施できます。これらの中には高温の表面に接触する作業があります、しかし危険な高電圧に接触する作業はありません。

熱伝導度検出器（TCD）のメンテナンス

TCD でベースラインが不安定でふらついたり、ノイズレベルが増大したり、チェックアウトクロマトグラムでレスポンスが変化するような問題が観察されている場合は、おそらくカラムブリードや汚れたサンプルなどからの堆積物による汚染が原因です。

TCD はサーマルクリーニングまたは焼出しとして知られているプロセスでクリーニングできます。キャリアガスとガスフローシステムのコンポーネントで漏れと汚染が無いことが確認された後にのみ焼出しを実行します。

TCD の配管

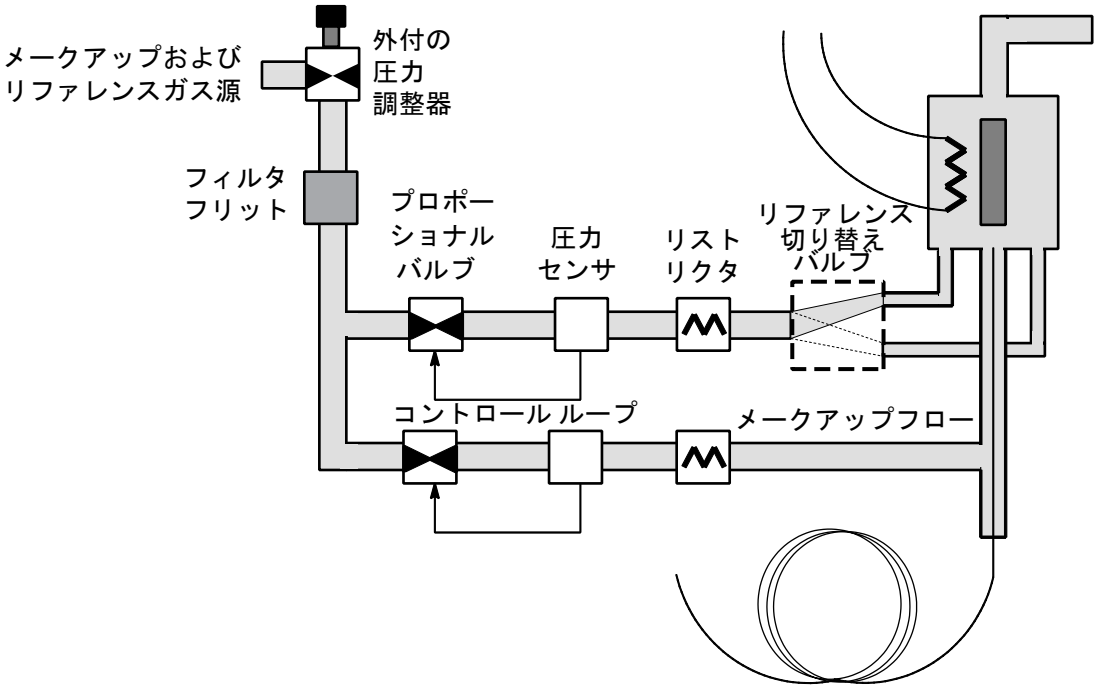


図 31.　TCD の外部および内部配管

サーマルクリーニング（焼出し）

注意 検出器に漏入する酸素によりフィラメントは修復できない損傷を受けます。これを防ぐため TCD フィラメントは OFF にして、検出器のカラムフィッティングはキャップをかぶせておく必要があります。

1. コントロールモジュール、ケミステーション /Cerity Chemical、あるいは他のコントロール装置を使用して検出器を OFF にします。
2. カラムを検出器から取り外して、検出器カラムフィッティングにキャップをかぶせます。
3. リファレンスガス流量を 20 ～ 30 mL/ 分の間にセットします。検出器温度を 375 ℃ にセットします。
4. サーマルクリーニングを数時間持続します。次にシステムを冷却し、通常の操作温度に戻します。

TCD フローモジュールの交換

工具類と材料

- 7/16 インチレンチ
- トルクス（T-20）ドライバ

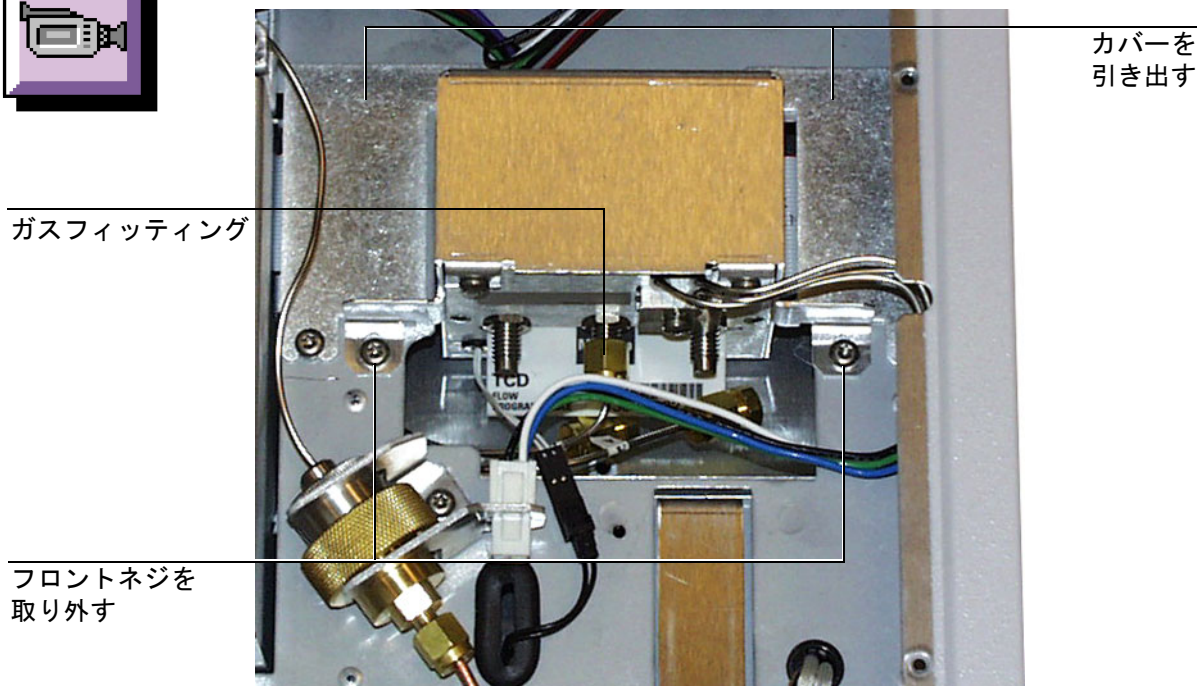
フローモジュールの取り外し

警告 注意してください！オーブンや注入口が高温になっていて、触れると火傷することがあります。

1. SERVICE メソッドを読み込むか、検出器とオーブン温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。
2. ガス供給源の検出器圧力を OFF にします。
3. 装置をオフにして、電源コードを取り外します。
4. ガス供給源ですべてのガスの供給を OFF にします。
5. 装置の背面にあるバルクヘッドコネクタからすべてのガス接続を外します。
6. リッドトップカバーを取り外します。

注意 この手順中は、静電気防止器具を使用してください。

7. フローモジュールからガスフィッティングを取り外します。

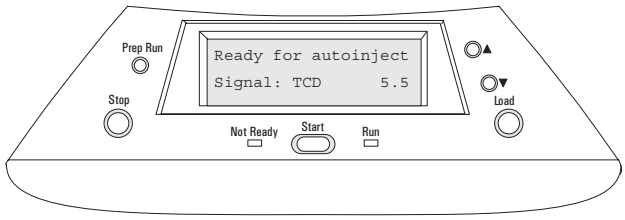


8. フローモジュールのマニホールドブロックフィッティングのネジを外します。
9. 各コネクタカバーの 2 つのネジを緩め、コネクタカバーを引き出します。
10. 2 つのタブを押して、リボンケーブルコネクタを解放し、取り外します。
11. バックネジを緩め、2 つのフロントネジを取り外し、リッドからフローモジュールを引き出します。
12. ジャンパの TCD スイッチングバルブコネクタを外します。

新しい TCD フローモジュールの取り付け

1. TCD スイッチングバルブコネクタを接続します。
2. モジュールをリッドに入れます。
3. リボンケーブルコネクタを接続します。
4. 3 つの T-20 トルクスネジを使用して、フローモジュールをリッドに固定します。
5. コネクタカバーを元の位置に押し入れ、取り付けネジを締めます。
6. マニホールドブロックフィッティングを取り付け、ガスフィッティングを再び接続します。
7. 供給ガスを再接続し、オンにします。電源コードを再接続します。
8. GC を ON にします。
9. TCD を使用するメソッドを読み込みます。

10. 装置が安定した後、シグナルオフセット値が 30 未満であることを確認します。



フレームイオン化検出器（FID）のメンテナンス

警告

フレームイオン化検出器は燃焼ガスとして水素ガスを使用します。水素の供給を ON にして、検出器カラムフィッティングにカラムが接続されていないと、水素ガスがオーブンの中に流出し、爆発する危険があります。検出器フィッティングには常にカラムを接続するかキャップで塞いでおく必要があります。

FID 検出器のガス流路

図 32 に FID 検出器のガス流路系を表 36 にその最大ガス流量を示します。

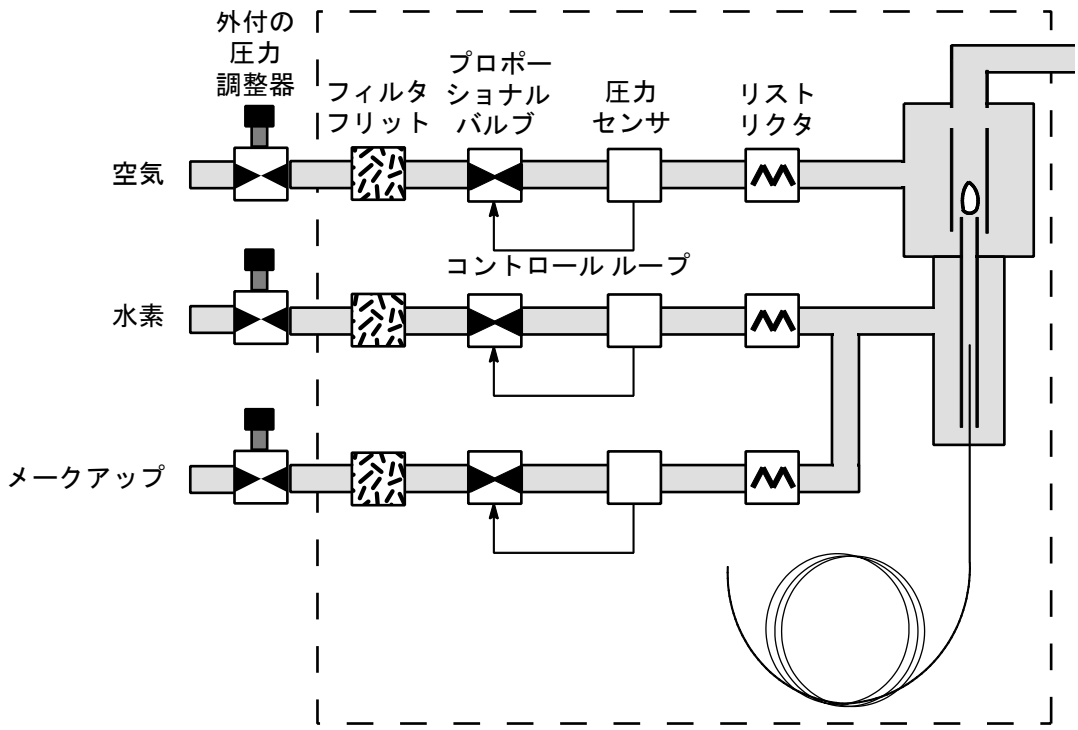


図 32. FID 検出器ガス流路

表 36. 最大ガス流量

ガス	最大流量（mL/min）
水素	100
空気	800
窒素メークアップ	100
ヘリウムメークアップ	100
アルゴンメークアップ	100

フレームが消えるか点火しない

- カラム流量が多すぎる可能性があります。カラム流量あるいは圧力を減少してください。より抵抗の大きいカラム、つまりより細い内径やより長いカラムに交換します。太い内径のカラムを使用しなければならない場合は、FID 検出器に点火できるまでカラムフローを OFF にします。
- ガスの種類と配管が間違っていないか、外部の配管ラインが十分にパージされているか、システムに漏れが無いかチェックします。
- 使用するカラムの種類に適した種類のジェットが取り付けられているかどうかチェックします。

- ジェットが損傷していないかチェックします。切り傷、すり傷、変形したチューブ、ジェットの詰りを調べます。
- 大量の芳香族系溶媒を注入すると炎が飛んでしまうことがあります。非芳香族系の溶媒に変更してください。
- 点火オフセット値が低すぎるかまたは高すぎる可能性があります。設定値を調整します。

警告 次の作業では保護眼鏡を着用してください。FID 検出器の排気ガスは危険なことがあります。

- フレームを OFF にし、次に ON にしてイグナイタをチェックします。イグナイタが正しく機能していれば、検出器の排気筒で赤熱した光が見えます。

サーマルクリーニング（焼出し）

バックグラウンドシグナルの上昇（点火時に 20 ディスプレイ単位以上）は検出器が汚染されているのが原因である可能性があります。もしそうであれば、この焼出し作業によりバックグラウンドレベルが減少します。

1. 検出器を OFF にし、カラムを GC から取り外し、検出器フィッティングにキャップをかぶせます。
2. 注入口フィッティングにキャップをかぶせます。
3. 検出器温度を 375 ℃ にリセットします。
4. オーブン温度を 250 ℃ にリセットします。
5. 炎を点火し、検出器シグナルをモニタします、FID 検出器が加熱されるにつれて、シグナルはやや高い値に速やかに上昇し、その後次第に減少して妥当な一定の値に落ち着きます。
6. 再びカラムを GC に取付けます。
7. 温度を元の設定値に戻し、少なくとも 2 時間、装置を安定させます。そして検出器シグナルを観察し許容できる範囲に収まったかどうかを決定します。
8. 焼出しを繰り返しても許容できるシグナルレベルが得られない場合は、ガスの純度が悪い可能性があります。より高い純度のガスやトラップが必要になります。ガスの純度を上げても許容できるシグナルレベルが得られない場合は、以下のページで説明されるような、徹底的な物理的クリーニングが必要になることもあります。

FID フローモジュールの交換

工具類と材料

- 7/16 インチレンチ
- トルクス（T-20）ドライバ

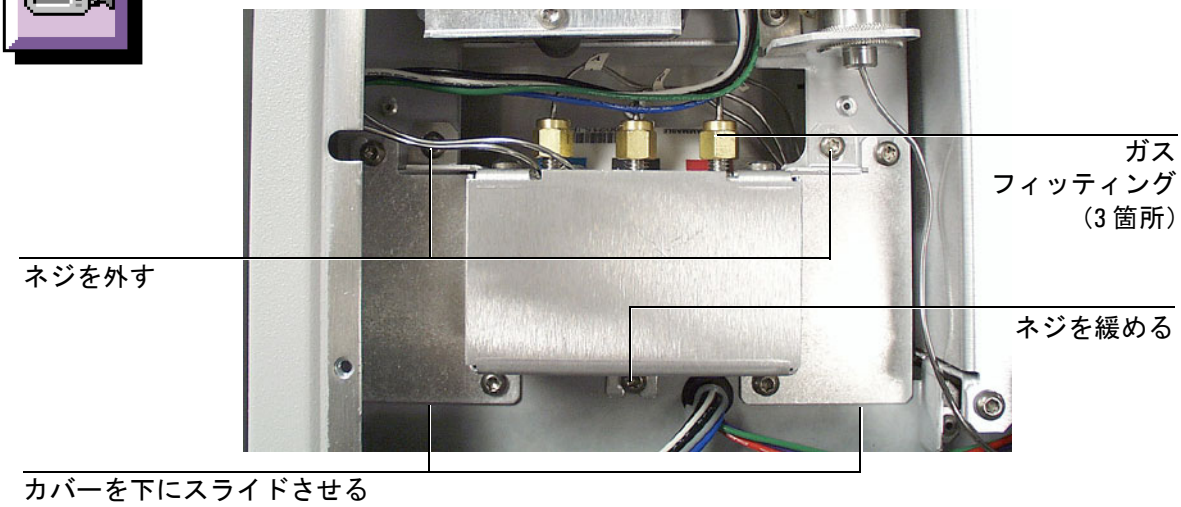
フローモジュールの取り外し

警告 注意してください！オーブンや注入口が高温になっていて、触れると火傷することがあります。

1. SERVICE メソッドを読み込むか、検出器とオーブン温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。
2. ガス供給源の検出器圧力を OFF にします。
3. 装置をオフにして、電源コードを取り外します。
4. ガス供給源ですべてのガスの供給を OFF にします。
5. 装置の背面にあるバルクヘッドコネクタからすべてのガス接続を外します。
6. リッドトップカバーを取り外します。

注意 この手順中は、静電気防止器具を使用してください。

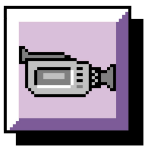
7. 各カバープレートにある 2 つのネジを緩めてカバーを引き出します。次の図を参照してください。



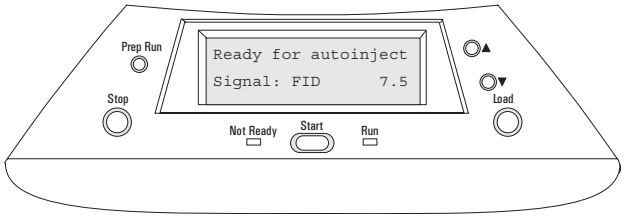
8. 3 つのガスフィッティングを取り外します。
9. フローモジュールからマニホールドブロックを外します。

10. リボンケーブルコネクタの 2 つのタブを押してコネクタを外します。
11. 2 つのフロント取り付けネジを外し、バックネジを緩め、リッドからフローモジュールを取り外します。

フローモジュールの取り付け



1. リボンケーブルをフローモジュールに接続します。
2. マニホールドブロックフィッティングを取り付けます。
3. フローモジュールを元の位置に入れ、3 つの取り付けネジを使用して取り付けます。
4. 3 つのガスフィッティングを接続し、しっかりと固定します。
5. カバープレートを取り付け、取り付けネジを締めます。
6. リッドトップカバーを元の位置に戻します。
7. パフォーマンスをチェックし、点火メソッドを読み込みます。オフセット値をチェックします。オフセット値は、装置が安定した後、5 ～ 20 ピコアンプの範囲内でなければなりません。



ジェットの取り外し、検査、取り付け

ジェットは定期的なクリーニングまたは交換を必要とします。通常の使用でも、ジェットの中に堆積物が蓄積されます（通常カラムブリードからのホワイトシリカや黒いカーボンのすす）。これらの堆積物は感度を低下させ、クロマトグラフノイズやスパイクの原因となります。ジェットはクリーニングすることもできますが、通常は汚れたジェットを新しいものと交換するほうが実際的です。もしジェットをクリーニングする場合は、それを傷つけないよう細心の注意が必要です。

お手持ちの検出器には標準のキャピラリカラムジェットを取り付けて出荷されています。GC 模擬蒸留（Simulated-Distillation）や高温での分析をする場合は、ジェットを交換する必要があります。

表 37.　FID 検出器で使用するジェット

ジェットタイプ	部品番号	ジェット先端内径
キャピラリ用	19244-80560	0.29 mm（0.011 インチ）
充填カラム用	18710-20119	0.47 mm（0.018 インチ）
充填カラム用大口径（高ブリードアプリケーションで使用）	18789-80070	0.030 インチ
高温分析用（GC 模擬蒸留で使用）	19244-80620	0.47 mm（0.018 インチ）

ジェットを交換するには、最初に FID 検出器コレクタアセンブリを取り外す必要があります。195 ページの「コレクタの取り外し」を参照してください。

この作業手順は、3 つのステップがあります：ジェットの取り外しと点検、ジェットのクリーニング（オプション）、ジェットの取り付けです。

工具類と材料

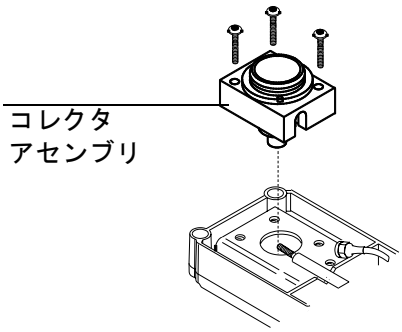
- トルクス（T-20）ドライバ
- 1/4 インチナットドライバ

手順

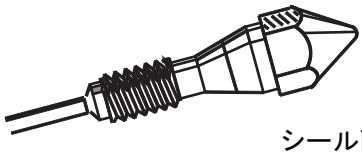
1. SERVICE メソッドを読み込むか、検出器とオーブン温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。検出器とオーブンを室温に冷却します。
2. ガス供給源で注入口と検出器ガスの圧力を OFF にします。
3. オーブンが冷却されたら、カラムを取り外し、そしてカラムフィッティングで検出器をふさぎます。
4. エレクトロメータが OFF になっていることを確認します。確認できない場合は、GC のメイン電源を OFF にします。

警告　検出器は高温になっています。

5. 検出器が高温の場合は、耐熱性の手袋を着用します。
6. コレクタアセンブリを取り付けている 3 本のネジを取り外します。アセンブリを持ち上げます。絶縁板がコレクタボトムの中に残っている可能性があります。

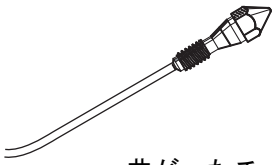


7. ナットドライバを使用して、ジェットを緩め、まっすぐ上に引き出します。ジェットをつかむにはピンセットの使用が必要になることもあります。
8. ジェットのシール面に引っ掻き傷があるかどうか点検します。シール面の周りにリングが観察されるでしょう、それ以外の引っ掻き傷があればそのジェットは使用できません。



シール面

9. ジェットチューブを点検し、曲がったり潰れたりしていないことを確かめます。ジェットを光源にかざして、汚染物や折れたカラムの破片が中にあるかどうか内部を点検します。中に何も存在していない場合は、チューブはきれいでしょう。

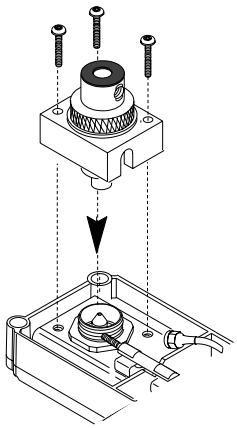


曲がったチューブ

注意

ジェットは締め過ぎないでください！ジェットを締め過ぎると、ジェット、検出器ベース、あるいはその両方が変形し損傷して修復不能になります。

10. ジェットを差し込んで、それがぴったりと収まるまで、ナットドライバで締めます。コレクタアセンブリを元どおりに取り付けます。



11. カラムを取り付けて、通常の操作条件に戻します。

ジェットのクリーニング

たいていの場合、汚れがひどい場合は特に、ジェットをクリーニングするよりも、汚れたジェットを新しいものと交換するほうが実際的です。詳細については、191 ページの「ジェットの取り外し、検査、取り付け」を参照してください。

工具類と材料

- 小型の超音波洗浄器
- FID クリーニングキット（部品番号 9301-0985）

作業手順

1. ジェットを検出器から取り外します。191 ページの「ジェットの取り外し、検査、取り付け」を参照してください。
2. ジェットの先端からクリーニングワイヤを通します。スムーズに動くようになるまで、前後に数回動かします。ジェットに引っ掻き傷を付けないよう気を付けてください。
3. 水洗クリーニングの手順：
   a. 超音波洗浄器に水性の洗剤を満たし、ジェットをその中に入れます。5 分間超音波洗浄します。
   b. ジェットリーマを使用してジェットの内側をクリーニングします。
   c. もう一度超音波洗浄器で洗浄を繰り返します。

注意　この時点から以降は、ジェットに直接さわらないでピンセット（または鉗子）でのみ扱ってください！

d. ジェットを容器から取り出して、温水ですすぎ、次に少量のメタノールですすぎます。

e. 圧縮空気か窒素を吹き付けてジェットから水を除きます。そしてジェットをペーパータオルの上に置いて、空気で乾燥します。

コレクタのメンテナンス

コレクタは時々クリーニングして堆積物（通常カラムブリードからのホワイトシリカや黒いカーボンのすす）を取り除くことが必要です。これらの堆積物は感度を低下させ、クロマトグラフノイズやスパイクの原因となります。

ここで説明する手順では、コレクタやその他の検出器パーツのクリーニングに超音波洗浄器の使用を提案しています。コレクタがそれほど汚れていないのであれば、ナイロンブラシで堆積物を擦って落とし、付着している粒子を圧縮空気あるいは窒素を吹き付けて飛ばすだけで十分です。

この作業手順は、3 つのステップがあります：コレクタの取り外し、コレクタのクリーニング、検出器への取り付けです。

工具類と材料

- トルクス（T-20）ドライバ
- 1/4 インチナットドライバ
- 小型の超音波洗浄器
- FID クリーニングキット（部品番号 9301-0985）

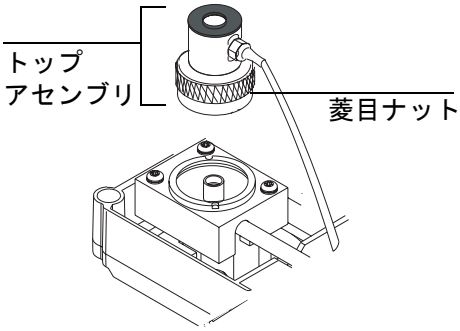
コレクタの取り外し

1. SERVICE メソッドを読み込むか、注入口、検出器とオーブン温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。

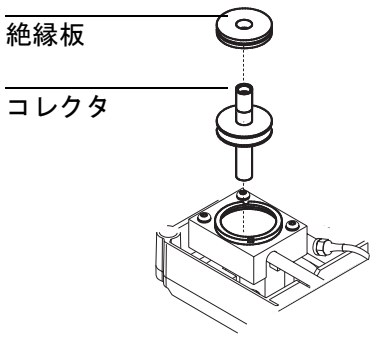
警告

感電の危険があります。エレクトロメータを OFF にするか、GC のメイン電源を OFF にして作業します。

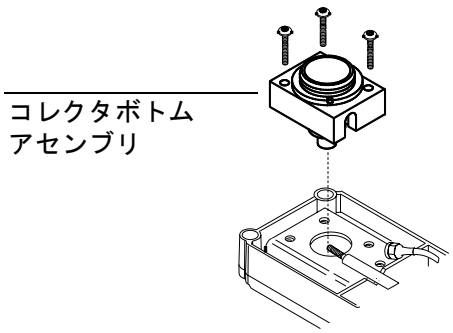
2. エレクトロメータが OFF になっていることを確認します。確認できない場合は、GC のメイン電源を OFF にします。
3. ガス供給源で注入口と検出器ガスの圧力を OFF にします。
4. 真ちゅうの菱目ナットを緩めます。トップアセンブリをまっすぐ上に持ち上げます。上側のテフロン絶縁板はアセンブリの下にくっついている可能性があります。絶縁板を取り外します。



5. コレクタを持ち上げます。上側の絶縁板はコレクタに付いている可能性があります。コレクタをつかむにはピンセットの使用が必要になることもあります。



6. コレクタボトムアセンブリを取り付けている 3 本のネジを取り外します。アセンブリを持ち上げます。下側の絶縁板をボトムアセンブリから取り出します。絶縁板をつかむにはピンセットの使用が必要になることもあります。



コレクタのクリーニング

1. 超音波洗浄器に水性の洗剤を満たし、2 枚の絶縁板とコレクタを容器に入れます。5 分間超音波洗浄します。

2. ナイロンブラシを使用してそれぞれのパーツをクリーニングします。
3. パーツを洗浄器に入れ、もう一度超音波洗浄を繰り返します。

注意 この時点から以降は、ジェットに直接さわらないでピンセット（または鉗子）でのみ扱ってください！

4. パーツを容器から取り出して、温水ですすぎ、次に少量のメタノールですすぎます。
5. パーツをペーパータオルの上に置いて、空気で乾燥します。

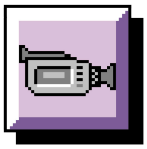
検出器の再組み立て

注意 クリーニングしたコレクタと絶縁板は直接さわらないでピンセット（または鉗子）でのみ扱ってください！

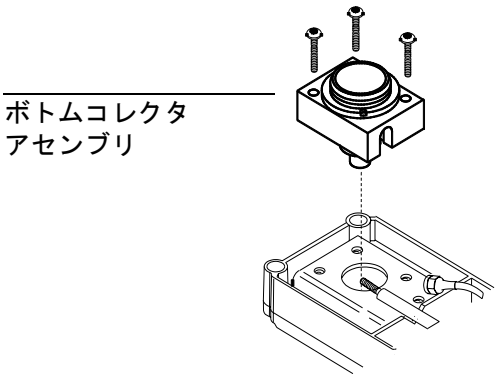
工具類と材料

トルクス（T-20）ドライバ

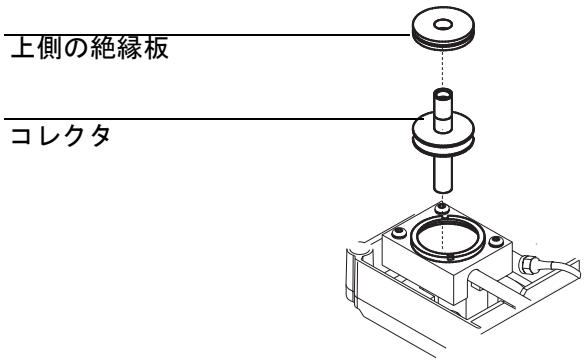
警告 感電の危険があります。エレクトロメータを OFF にするか、GC のメイン電源を OFF にして作業します。



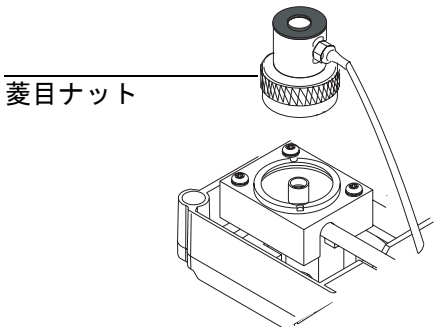
1. エレクトロメータが OFF になっていることを確認します。確認できない場合は、GC のメイン電源を OFF にします。
2. 下側の絶縁板をボトムコレクタアセンブリの中に挿入します。ボトムコレクタアセンブリを取り付けて、3 本のネジを締めます。



3. コレクタを中に入れて、上側のテフロン絶縁板を取り付けます。



4. トップコレクタアセンブリを取り付けて、菱目ナットを手で締めます。



5. 通常の操作条件に戻します。

FID 点火ワイヤの交換

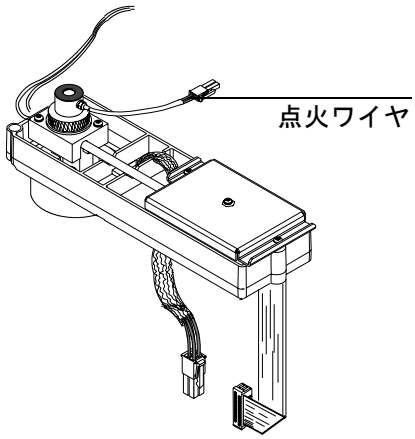
工具類と材料

- トルクス（T-20）ドライバ
- 接地したリストストラップ
- 新しい点火ワイヤアセンブリ（部品番号 G1531-60680）

作業手順

1. SERVICE メソッドを読み込むか、検出器とオーブン温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。
2. ガス供給源で注入口と検出器ガスの圧力を OFF にします。
3. リッドトップカバーを取り外します。

4. 点火アセンブリのケーブル接続を外します。ロックを外側から押さえて外し、ゆっくりとコネクタを引き抜きます。



5. 検出器から点火ワイヤを外します。付属している小さな銅ワッシャを紛失しないでください。
6. 新しい点火ワイヤを取り付けます。
7. 通常の操作条件に戻します。

Microcell Electron キャプチャ検出器（μECD）のメンテナンス

図 33 に、μECD とエレクトロメータの概要を示します。

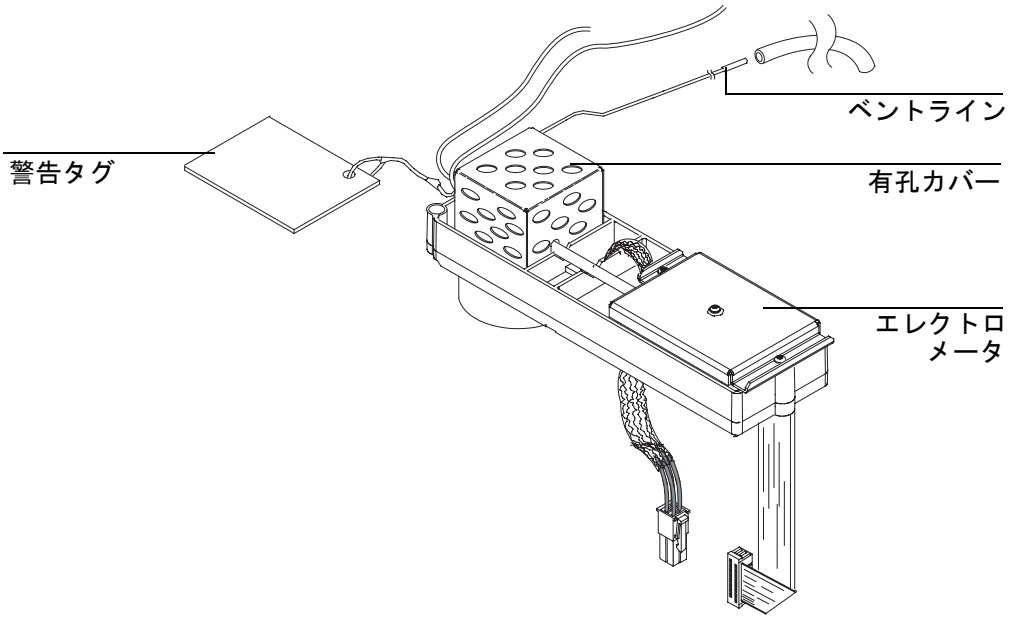


図 33. μECD

μECD キャピラリカラムアダプタライナーの交換

μECD キャピラリカラムアダプタライナーの交換方法 :

1. アダプタキャップを取り外します。

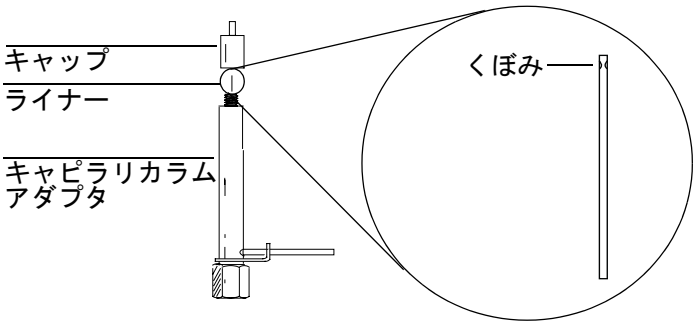


図 34. μECD アダプタ

2. ライナーをチェックします。壊れている場合は交換し、キャップを取り付けます。くぼみがアダプタのキャップの端に来るようにします（図 34 を参照）。

性能問題の解決

測定値が高すぎたり、低すぎたり、クロマトグラフの結果が思わしくない（ベースラインにノイズが入るなど）といった性能上の問題は、漏れ、検出器等のクロマトグラフシステム部品の堆積物によって起こることがあります。問題の原因を特定するには、いくつかテストを実施する必要があります。

検出器をテストする前に、問題の特質を検討します。最近 GC システムを変更して出力レベルが上がった場合には、変更により汚染物質が入り込んだか、システムに漏れが起きた可能性が十分あります。たとえば、最近ガス供給装置を変更した場合には、新しいガスに不純物が混じっている可能性があります。また、最近新しいカラムを取り付けた場合には、検出器フィッティングに漏れがある可能性があります。

出力レベルやノイズレベルが徐々に高くなった場合には、ゆっくりと堆積物がたまったことが原因の可能性があります。検出器にカラムブリードの汚染物質が入り込んでいたり、トラップが飽和している可能性があります。変化が緩やかで、最近 GC システムを変更していない場合には、まず汚染のチェックから始めると良いでしょう。**注意：この手順における汚染物質とは、カラムブリードや汚れたサンプルなど、放射性でない堆積物を指します。**

1. 検出器が通常の状態で動作しており、最後の分析から 2 時間以上経過していることを確認します。

   出力値を確認します。正常な出力値と大きく違っている場合（高すぎたり低すぎたりする場合）には、以降の手順を実行して、異常な結果の原因を特定します。

2. 電子式リークデテクタを使用して、抽出口と検出器、カラムフィッティングの漏れを確認します。漏れを止めて、出力レベルを確認します。まだ異常な場合は、ステップ 3 に進みます。

3. 検出器そのものに漏れがある可能性は低いため、出力値がまだ異常な場合には、注入口の漏れテストを行います。各種注入口のメンテナンスで使用する材料については、以下のセクションを参照してください。

   - 120 ページの「スプリット / スプリットレス注入口のメンテナンス」
   - 134 ページの「パージ付き充填カラム注入口のメンテナンス」
   - 150 ページの「PTV のメンテナンス」
   - 166 ページの「Cool On-Column 注入口のメンテナンス」

   注入口に漏れがない場合には、ステップ 4 に進んで検出器の漏れを確認します。

   注入口に漏れがある場合には、漏れを止めて出力値を確認します。まだ異常であれば、検出器にも漏れがある可能性があります。ステップ 4 に進みます。

4. 検出器の漏れテストを行います（本ドキュメントで後述）。

   検出器に漏れがない場合は、汚染物質が問題の原因です。ステップ 5 に進みます。

   検出器に漏れがある場合には、漏れを止めて出力値を確認します。まだ異常であれば、ステップ 5 に進みます。

5. 汚染物質を確認します :

   a. カラムを取り外し、検出器の接続部にキャップ（部品番号 19234-20650）とキャップナット（部品番号 19234-20570）で栓をします。

   b. 検出器を通常の操作条件で分析します（ただし、メークアップガスだけを流入させます）。出力値をモニタします。その検出器での通常の値になっている場合には、GC システムの他の部分に汚染物質があります。ステップ 6 に進みます。

   c. 出力値が異常な場合には、検出器が汚染されています。検出器の汚染物質を除去するため、サーマルクリーニングを実施します。手順は 207 ページの「サーマルクリーニング」で説明します。

6. GC システムの他の部分に対して一度に 1 つずつ次の変更を行って出力値をモニタし、汚染物質をチェックします。
   - カラムを空のカラムに取り替え、出力値を比較します。
   - 別の注入口と交換し（可能な場合は）、出力を比較します。
   - 別のガス供給源と交換し、出力を比較します。
   - トラップを交換し、出力を比較します。

μECD フローモジュールの交換

工具類と材料

- 7/16 インチレンチ
- トルクス（T-20）ドライバ

フローモジュールの取り外し

警告 注意してください！オーブンや注入口が高温になっていて、触れると火傷することがあります。

1. SERVICE メソッドを読み込むか、検出器とオーブン温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。
2. ガス供給源の検出器圧力を OFF にします。
3. 装置をオフにして、電源コードを取り外します。
4. ガス供給源ですべてのガスの供給を OFF にします。
5. 装置の背面にあるバルクヘッドコネクタからすべてのガス接続を外します。
6. リッドトップカバーを取り外して、フローモジュールが見えるようにします。

注意 この手順中は、静電気防止器具を使用してください。

7. フローモジュールからガスフィッティングを取り外します（図 35）。

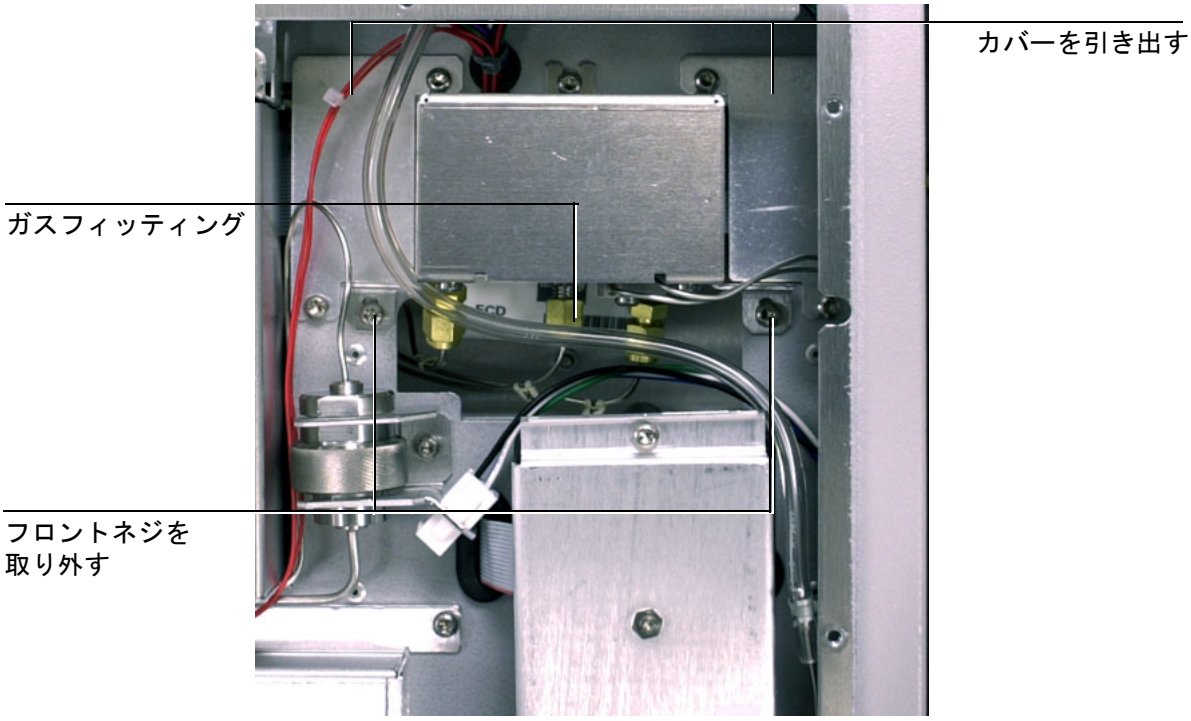


図 35.　フローモジュールの取り外し

8. フローモジュールのマニホールドブロックフィッティングのネジを外します。
9. 各コネクタカバーの 2 つのネジを緩め、コネクタカバーを引き出します。
10. 2 つのタブを押して、リボンケーブルコネクタを解放し、取り外します。
11. バックネジを緩め、2 つのフロントネジを取り外し、リッドからフローモジュールを引き出します。

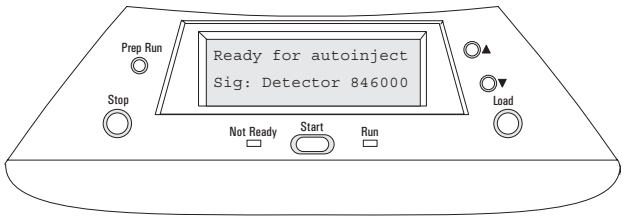
新しいμECD フローモジュールの取り付け

1. モジュールをリッドに入れます。
2. リボンケーブルコネクタを接続します。
3. 3 つの T-20 トルクスネジを使用して、フローモジュールをリッドに固定します。
4. コネクタカバーを元の位置に押し入れ、取り付けネジを締めます。
5. マニホールドブロックフィッティングを取り付け、ガスフィッティングを再び接続します。
6. 供給ガスを再接続し、オンにします。電源コードを再接続します。
7. GC を ON にします。
8. μECD を使用するメソッドを読み込みます。

9. 最初は、ディスプレイシグナルは約 840,000 と非常に高くなります。きれいなガスによりシステムから汚染物質が取り除かれると、シグナルはマニホールド交換前のようなベースラインレベルに下がるはずです。一般的な指針 :

   - 新しい μECD のベースラインオフセットは 200 Hz 未満です。
   - どの μECD のベースラインオフセットも 400 Hz 未満です。
   - μECD が安定するまでには、最大 24 時間かかります。

   検出器が安定してもベースラインが 400 Hz を超えるような場合は、汚染（注入口、カラム、接続部、検出器）があるか、システムのどこかに漏れがあるか、検出器のサーマルクリーニング、メンテナンス交換が必要な可能性があります。トラブルシューティングの詳細は、GC のサービスマニュアルを参照してください。



ガス漏れを確認する

検出器に漏れがあることはめったにありません。GC システムに漏れがあることが疑われ、GC へのガス配管、注入口、カラム注入口、検出器の接続部を確認しても漏れが見つからない場合には、以下の手順で検出器をテストします。

オーブンと注入口は通常の操作温度に設定します。

必要な器材：

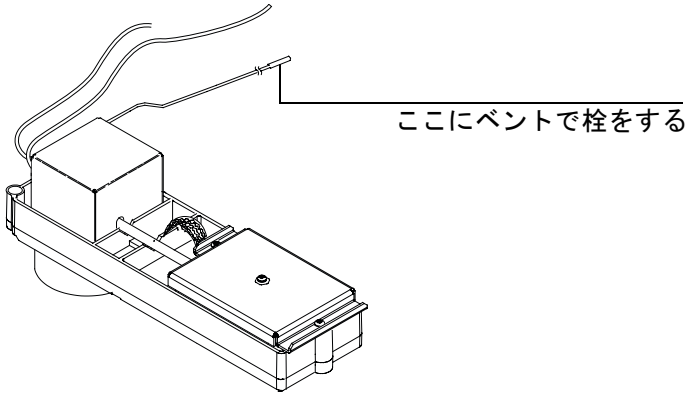
- ベントプラグ（部品番号 5060-9055）
- 電子式リークデテクタ（使用しているキャリアガスを検出できるもの）

この手順を実行するためには、コントロールモジュールかデータシステムが必要です。

1. 注入口の圧力を OFF にします。システムからガスがなくなるまでしばらく待ちます。
2. メークアップガスのフローを OFF にします。

   フローがないと、出力は最大になります。アルゴン / メタン、窒素での最大は、約 840,000 です。

3. 検出器の排出口にベントプラグで栓をします。



4. 注入光の圧力を 15 psi（103 kPa）に設定します。注入口からのシステム圧力をモニタします。システムが完全に加圧されるまで待ちます（最低でも 1 分間）。システムが完全に加圧されたら、圧力またはガスを OFF にします。

   圧力を 10 ～ 15 分間モニタします。圧力が一定であるか、圧力低下が 0.2 または 0.3 psi/ 分の場合には、検出器には漏れがないと考えられます。

   圧力が低下するような場合は、漏れがあります。ステップ 5 に進みます。

5. 電子式リークデテクタで、カラムフィッティングと栓をしたベントで漏れをチェックします。リークを見つけたら、フィッティングを締め、漏れテストを繰り返します。

   他のシステムコンポーネントに漏れがなければ、検出器に漏れがあることになります。**検出器は、米原子力規制委員会（NRC）または Agreement State Licensing Agency（米国のみ）が発行する特殊なライセンスがないと、分解することはできません。**詳しくは、担当の Agilent サービスエンジニアにご連絡ください。

サーマルクリーニング

ベースラインにノイズがあるか出力値が異常に高く、GC システムの漏れが原因ではないと判断した場合には、検出器にカラムブリードからの汚染物質がついている可能性があります。汚染物質を取り除くには、検出器のサーマルクリーニング（焼出しとも呼ばれる）を実施します。

警告 サーマルクリーニング以外の検出器の分解やクリーニング手順は、放射性物質を扱う訓練を受け、ライセンスを持った者だけが行うことができます。他の手順の中で微量の放射性 ^{63}Ni がはがれ、β 線や x 線の危険な被曝が起こる可能性があります。

警告 放射性物質がある部分に危険な汚染物質が蓄積するのを避けるため、検出器の排気口は、必ず換気フードに接続するか、最新版の 10 CFR Part 20 または原子力規制委員会が承認した州レベルの規制（米国のみ）に準拠して排出する必要があります。米国以外の国では、同様な規定について担当機関に問い合わせてください。

必要な器材：

- 検出器接続部のキャップ（部品番号 19234-20650）
- キャップを接続するナット（部品番号 19234-20570）

この手順を実行するためには、設定を編集するためにコントロールモジュールかデータシステムが必要です。

1. 検出器とオーブンを通常の操作温度にし、▲ または ▼ を押して検出器の出力にスクロールするか、コントロールモジュールかデータシステムで出力を参照します。値を後で比較するためにメモします。
2. 陽極パージとメークアップガスのフローを OFF にします。
3. オーブンと検出器を、安全に作業できる温度に冷却します。
4. カラムを検出器から取り外します。接続されていない末端部には、必ず栓をします。検出器キャップかナットをカラム検出器フィッティングに取り付け、接続部に栓をします。
5. 設定を以下のようにしてください：

検出器温度	350 ～ 375 ℃
メークアップガス流量	60 mL/ 分
オーブン温度	250 ℃

6. サーマルクリーニングを数時間持続します。次にシステムを冷却し、通常の操作温度に戻します。
7. µECD の出力値を確認します。最初の値よりも下がっているはずです。下がっていない場合には、Agilent サービスエンジニアにご連絡ください。

拭き取り試験（放射能漏れテスト）の実施

Electron キャプチャ検出器では、最低 6 カ月に一度、または各地の機関で規定された頻度で、放射能漏れテストを行う必要があります。このテスト記録は、原子力規制委員会や州の機関による監査に備え、維持保管する必要があります。必要に応じ、もっと頻繁にテストを行ってもかまいません。

拭き取りテストの手順拭き取りテストキットは、新しい検出器に添付されています。テストの実施手順については、ワイプテストキットに添付されている情報カードを参照してください。

炎光光度検出器（FPD）のメンテナンス

注意 炎光光度検出器（FPD）は、50 ℃ 以上の温度になる場所には置かないでください。光電子増倍管（PMT）が損傷を受ける場合があります。

炎点火の問題

FPD の炎が点火しないか消えてしまう場合には、以下の内容を確認 / 実施してください。

1. 確実に問題が起こっていることを確認します。. アルミニウムの排気管のゴムの滴管を取り外し、鏡などの光を反射するものを近づけ、炎が点灯している場合にできる曇りを観察して、点火しているかどうか確認します。
2. コントロールモジュールかデータシステムを使用して、`Lit offset` を確認します。値がゼロであれば、自動点火は OFF になっています。値が大きすぎると、GC は炎が点火していることがわからず、検出器が停止されます。
3. GC への空気供給を増やします。これにより、炎が燃えやすくなりますが、空気流量の設定には影響しません。
4. 炎がまったく点火しない場合には、グロウプラグ回路を確認します。GC ディスプレイまたはコントロールモジュールで、検出器の出力を表示します。実際のシグナル出力が、炎が点火する際に一瞬 65500 を超えます。表示が変化しない場合には、グロウプラグ上のリード線の接続を確認します。グロウプラグが壊れている場合には、部品番号 0854-0141 の部品で交換します。

5. 検出器の温度が高いと、炎が点火しやすくなります。
6. ある操作条件の下では、ゴムの滴管を外した方が炎が点火しやすくなります。炎が点火した後で滴管を取り付けます。
7. まだ炎が点火しない場合には、システムにひどい漏れがある可能性があります。このような漏れがあると、測定される流量が実際の流量と異なり、点火に適さない状態となります。システム全体の漏れをくまなく確認します。
8. 分析上かまわなければ、キャリアガスとメークアップガスとして、窒素の代わりにヘリウムを使用します。
9. 点火するまで水素と酸素の流量を増やし、その後推奨値に向かって減らします。最適な値は、実際に確かめてください。

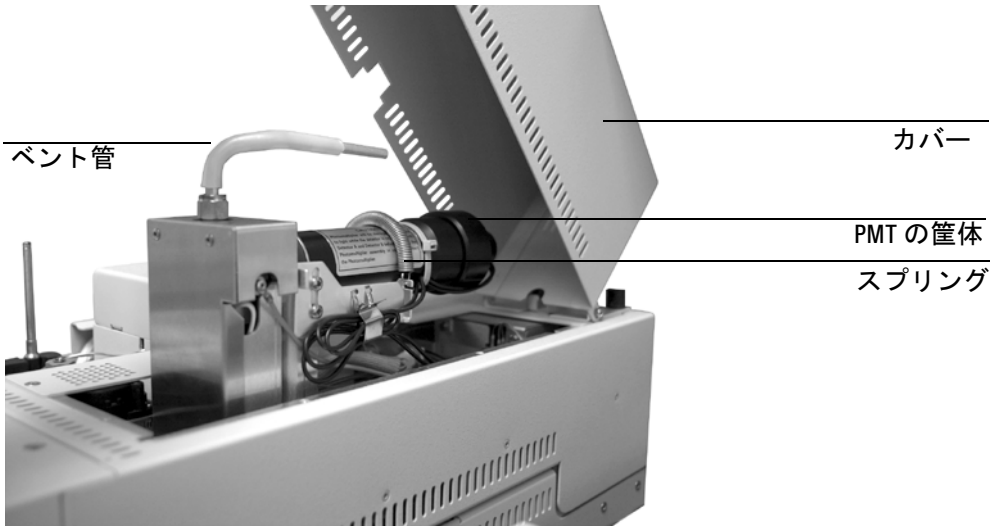
波長フィルタの交換

硫黄モードとリンモードのどちらを選択したかに応じ、正しい光学フィルタを取り付けます。硫黄モードでは、393 ナノメーターのフィルタ（部品番号 19256-80000）を使用します。リンモードでは、525 ナノメータのフィルタ（部品番号 19256-80010）を使用します。

フィルタの交換方法 :

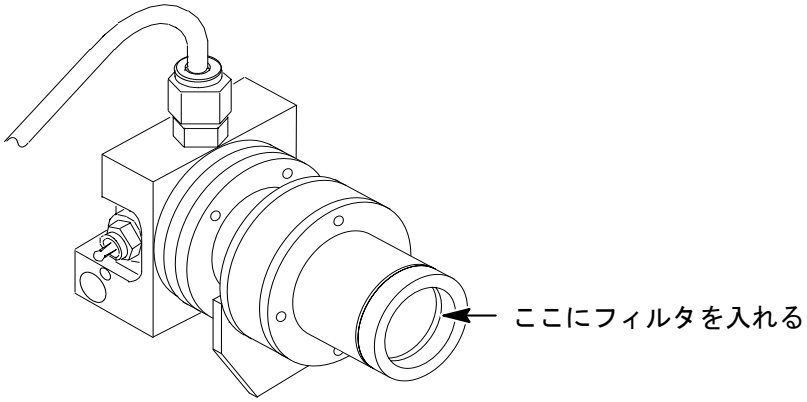
警告 GC の左側にあるメインの電源スイッチを OFF にします。電源がオンのときに光電子増倍管を室内光にさらすと、光電子増倍管は破壊されます。

1. 検出器カバー上の蝶ネジを緩め、カバーを持ち上げます。



2. 光電子増倍管の筐体の周りにあるリテイナースプリングを緩めます。
3. 光電子増倍管の筐体を、検出器本体から引き出します。ねじることで容易に引き出すことができます。
4. 古いフィルタを取り出します。ティッシュを使用して、指紋がつかないようにします。

5. 新しいフィルタをへこみに入れます。その際、銀メッキした部分がフレームに向くようにします。



6. PMT の筐体を、検出器本体のできるだけ奥まで押し込みます。
7. 筐体の周りにリテイナースプリングを取り付けます。
8. 電源を入れます。

FPD フローモジュールの交換

工具類と材料

- 7/16 インチレンチ
- トルクス（T-20）ドライバ

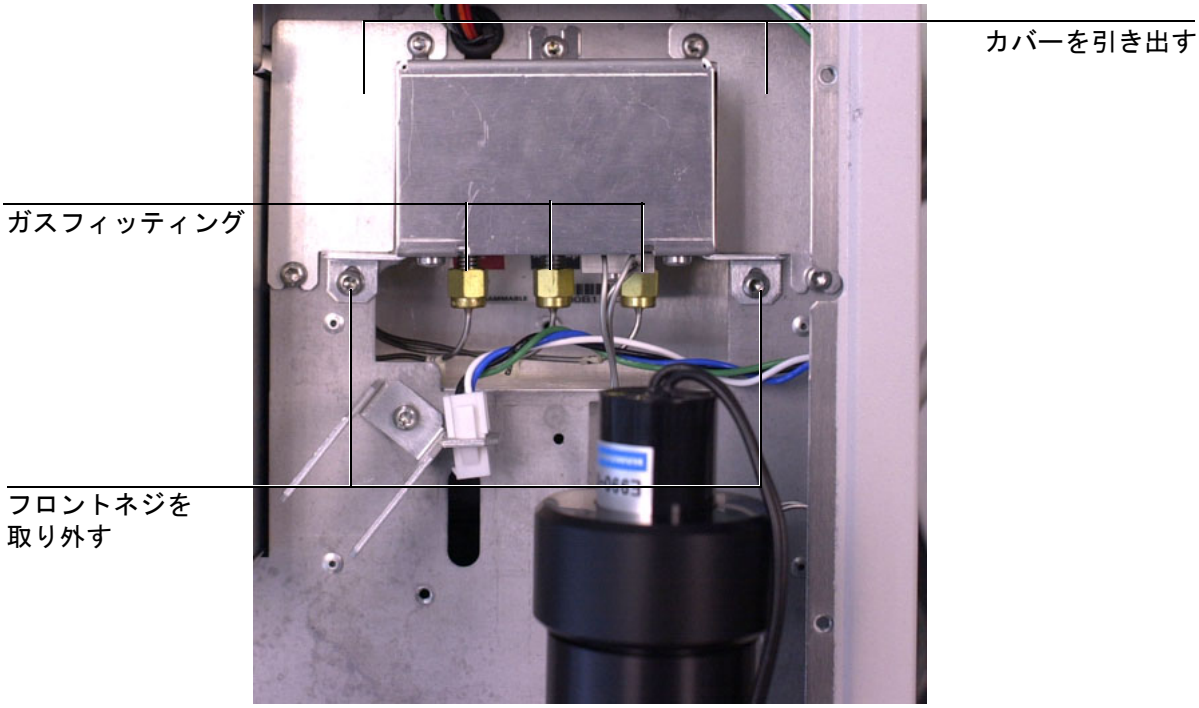
フローモジュールの取り外し

警告 注意してください！オーブンや注入口が高温になっていて、触れると火傷することがあります。

1. SERVICE メソッドを読み込むか、検出器とオーブン温度を OFF にリセットするか、メインの電源スイッチを OFF にします。加熱ゾーンを室温に冷却します。
2. ガス供給源ですべてのガスの供給を OFF にします。
3. 装置をオフにして、電源コードを取り外します。
4. 装置の背面にあるバルクヘッドコネクタからすべてのガス接続を外します。
5. リッドトップカバーを取り外します。

注意 この手順中は、静電気防止器具を使用してください。

6. フローモジュールからガスフィッティングを取り外します。

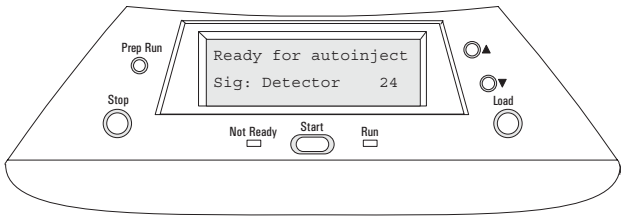


7. フローモジュールのマニホールドブロックフィッティングのネジを外します。
8. 各コネクタカバーの 2 つのネジを緩め、コネクタカバーを引き出します。
9. 2 つのタブを押して、リボンケーブルコネクタを解放し、取り外します。
10. バックネジを緩め、2 つのフロントネジを取り外し、リッドからフローモジュールを引き出します。

新しい FPD フローモジュールの取り付け

1. モジュールをリッドに入れます。
2. リボンケーブルコネクタを接続します。
3. 3 つの T-20 トルクスネジを使用して、フローモジュールをリッドに固定します。
4. コネクタカバーを元の位置に押し入れ、取り付けネジを締めます。
5. マニホールドブロックフィッティングを取り付け、ガスフィッティングを再び接続します。
6. 供給ガスを再接続し、オンにします。電源コードを再接続します。
7. GC を ON にします。
8. FPD を使用するメソッドを読み込みます。

9. 装置が安定した後、シグナルオフセット値が 40pA 未満であることを確認します。



漏れテスト

供給ガスを OFF にします。検出器の排気管に 1/4 インチ Swagelok 栓（部品番号 0100-0196）と 40% グラファイト入り Vespel フェラル（部品番号 0100-1061）で栓をします。

注意

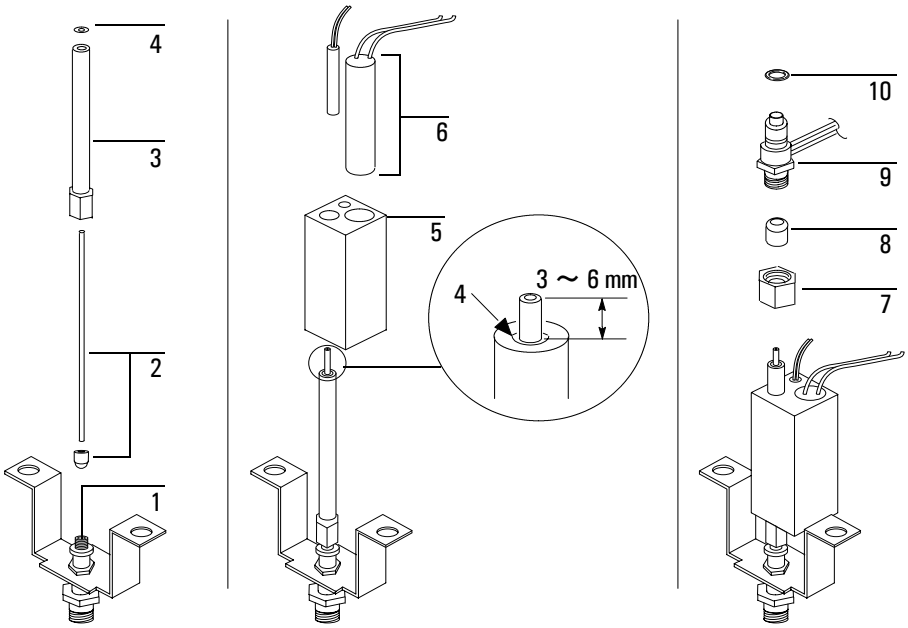
フローシステムに圧力をかけてテストする場合には、210 kPa（30 psig）を超えないようにしてください。圧力が高いと、検出器ブロックウィンドウやシールを損傷する場合があります。

どちらかのガスを数秒間 ON にして OFF にします。コントロールモジュールかデータシステムを使用して、検出器のフローをモニタします。表示されるフロー（実際に圧力として計測された値）は、一定かゆっくりと降下するはずです。そうならない場合には、システムに漏れがあります。漏れている場所を確認し、対処後にフローの数値をモニタします。

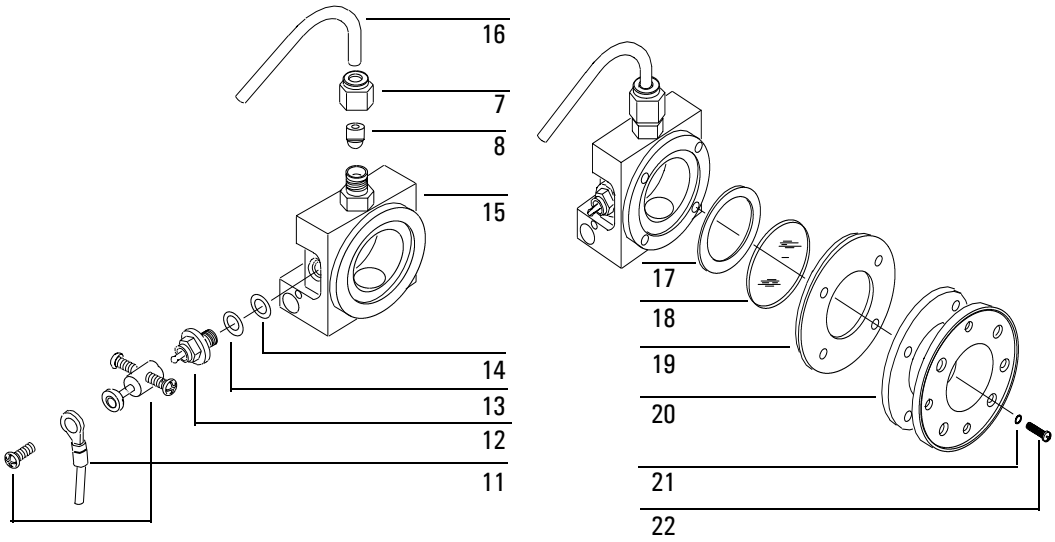
可能性が高い順に漏れが起きる場所を挙げると、次のとおりです。

- セプタム
- カラムフィッティング
- 供給管の Swagelok 配管の接続部
- 検出器ブロックの O リングまたは Vespel シール
- その他の配管

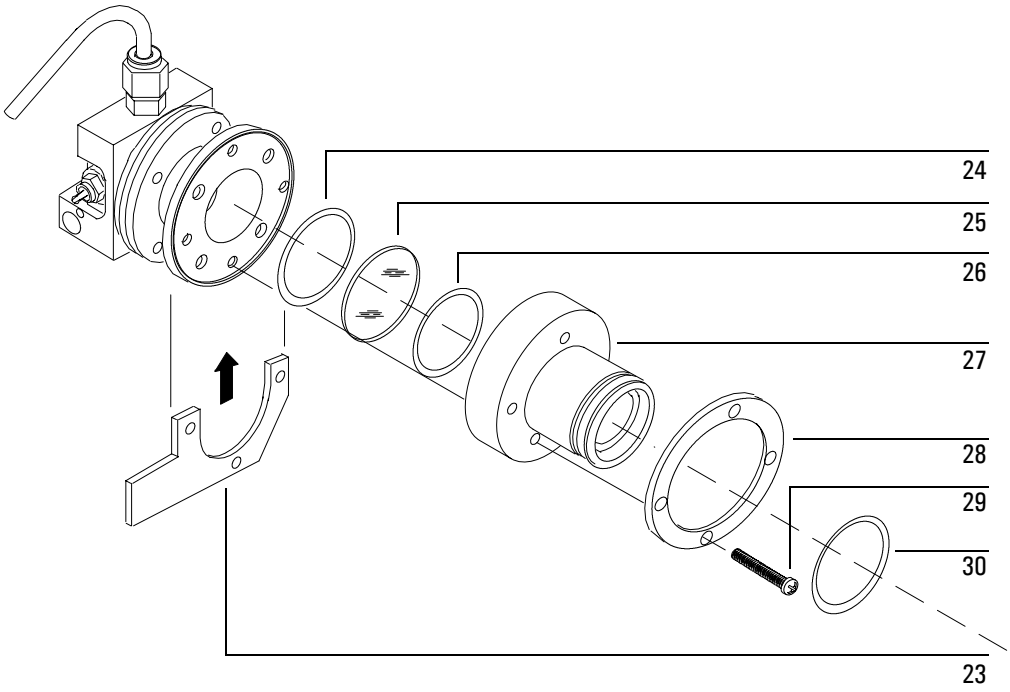
部品の識別



項目	説明	部品番号
1	ベースアセンブリウェルドメント	
2	Gigabore ライナー / フェラルアセンブリ	19256-60590
3	移送管	19256-80550
4	O リング、Kalrez、移送管	0905-1101
5	下部ヒーターブロック	
6	ヒーター / センサアセンブリ	
7	ナット、真ちゅう、1/4 インチ	0100-0056
8	フェラル、Vespel、内径 1/4 インチ	5080-8774
9	ジェットカートリッジ	G1535-80500
10	O リング、Kalrez、ジェットカートリッジ	0905-1103



項目	説明	部品番号
7	ナット、真ちゅう、1/4 インチ	0100-0056
8	フェラル、Vespel、内径 1/4 インチ	5080-8774
11	イグナイタケーブルアセンブリ	G1535-60600
12	グロウプラグ	0854-0141
13	スペーサー、イグナイタ	19256-20590
14	O リング、Kalrez、イグナイタ	0905-1102
15	ウェルドメント、ブロック	
16	排出管アセンブリ、アルミ 排出管アセンブリ、ステンレス	19256-20700 19256-20705
17	ガスケット、熱シールド	19256-80040
18	ウィンドウ、第一熱シールド	19256-80030
19	ガスケット、熱シールド	19256-20580
20	カップリング、ステンレス	19256-20550
21	ロックワッシャ（4 個必要）	2190-0108
22	ネジ、M3 × 12（4 個必要）	0515-0911



項目	説明	部品番号
23	クランプ	19256-00090
24	O リング、シリコン、内径 0.926 インチ（オレンジ）	0905-0955
25	ウィンドウ、第二熱シールド	19256-80060
26	O リング、シリコン、内径 1.05 インチ（オレンジ）	0905-1104
27	フランジアダプタ	
28	フランジリング	19256-00200
29	ネジ、M3 × 25（4 個必要）	0515-0065
30	O リング、Viton、内径 1.239 インチ（茶）	0905-1100
フィルタ（記載せず）		
	硫黄モード	19256-80000
	リンモード	19256-80010

自動液体サンプラとインジェクタ

6850 自動液体サンプラ（ALS）またはオートインジェクタが装着されている場合は、以下の使い方とメンテナンスの方法を参照してください。

分析前のチェックリスト

分析を開始する前に、サンプラの準備は OK か、このチェックリストでチェックします。

- p サンプルバイアルにサンプルが半分まで入れてある。
- p キャップは真中に付いていてゆがみが無く、セプタムは平らである。
- p サンプルバイアルのポジションは、ランパラメータと一致している。
- p 溶媒ボトルにはそれぞれ 4.5mL の新鮮な溶媒が入れてある。
- p 廃液ボトルは空になっている。
- p 分析するサンプルバイアルの数を処理するのに十分な溶媒と廃液ボトルの容量がある。
- p シリンジは新しいか汚れていない。
- p シリンジデザインとサイズは間違っていない。
- p プランジャはプランジャキャリアループに取り付けられている。
- p ニードルはセプタムリテーナナットと中心が合っている。
- p シリンジは溶媒で洗浄されている。
- p GC 注入口ライナーは清浄で、不活性化処理されている。
- p GC 注入口ライナーやインサートは注入モードに適合した種類である。
- p GC 注入口セプタムの種類はその分析に適している。
- p GC 注入口セプタムの注入回数は 200 注入未満である。
- p GC 注入口には正しいセプタムナットが取り付けられている。

サンプルの分析

サンプルを注入するときは、手をシリンジニードルに近づけないでください。ニードルは鋭利で、そして有害な化学物質を含んでいるかもしれません。

自動液体サンプラまたはインジェクタを操作するには：

1. 清浄なシリンジを取り付けます。222 ページの「シリンジを取り付ける」を参照してください。
2. バイアルにサンプルを充填します。218 ページの「サンプルバイアルを準備する」を参照してください。

3. 溶媒ボトルと廃液ボトルに溶媒を満たします。220 ページの「溶媒ボトルと廃液ボトルを準備する」を参照してください。
4. タレットに溶媒ボトル、廃液ボトルおよびサンプルバイアルをセットします。
   - 6850 自動液体サンプラ -229 ページの「サンプルタレット」を参照してください。
   - 6850 自動インジェクタ -236 ページの「タレットの装填」を参照してください。
5. GC シーケンスを読み込みます（またはプログラムします）。
6. GC シーケンスを実行します。

GC がレディになると、サンプラまたはインジェクタは注入を開始します。

サンプルバイアルを準備する

サンプルバイアルを選択する

サンプラとインジェクタタレットは、透明か茶色のガラス製サンプルバイアルにクリンプキャップまたはネジキャップを取り付けて使用するか、スクリューキャップバイアルを使用します。光で分解し易いサンプルには茶色のガラスバイアルを使用してください。使用できるバイアルの種類については Agilent の消耗品と補用品カタログを参照してください。互換性の無いサンプルバイアルはトレイエラーやタレットエラーの原因になります。

図 36 に、サンプラおよびインジェクタで使用するサンプルバイアルとマイクロバイアルインサートの主要な寸法を示します。これらの寸法は仕様のすべてを記述したものではありません。

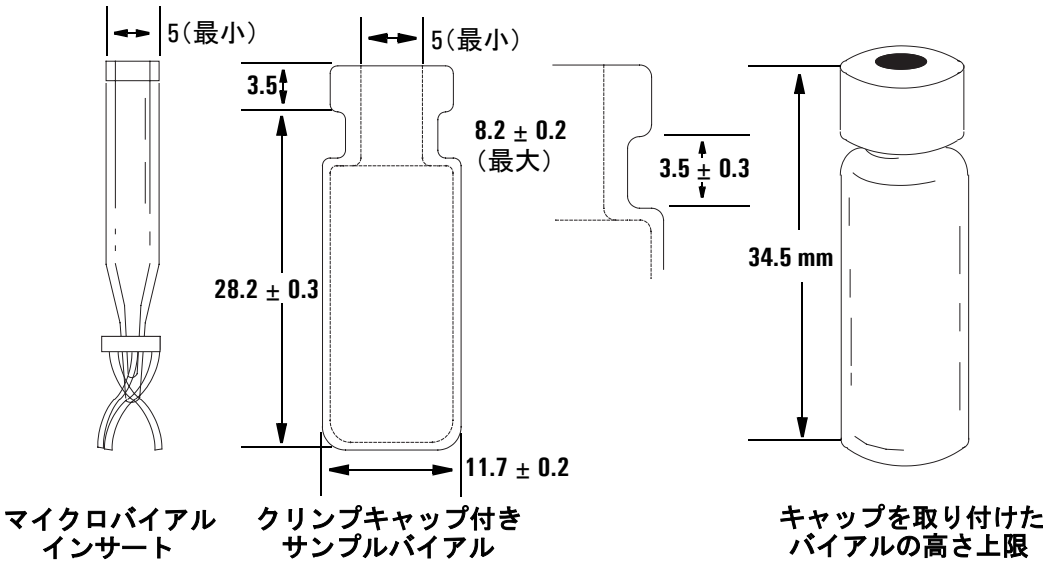


図 36. サンプルバイアルとマイクロバイアルインサートの寸法

サンプルバイアルのラベル

バイアルにラベルを書き込むには、書き込みに便利な記入スポットの付きのバイアルがあります。自分でラベルを作って貼るのであれば、Agilent Technologies の推奨するラベルの位置と厚さを図 37 に示します。

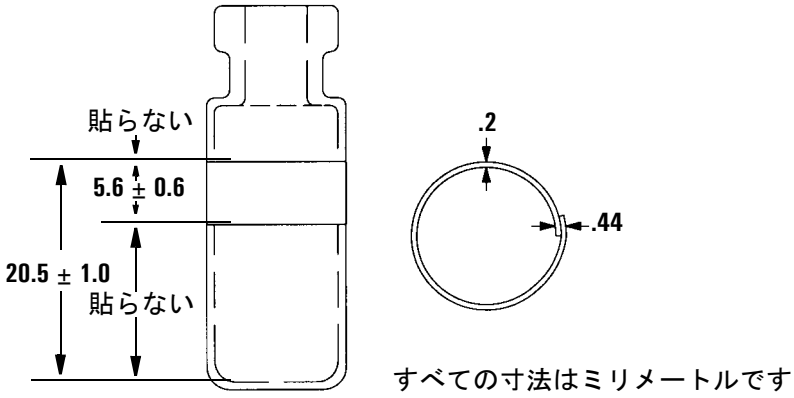


図 37. バイアルラベルの仕様

サンプルバイアルセプタム

クリンプキャップやスクリューキャップに使用されているセプタムは 2 つのタイプがあります。それぞれに異なった密封性と溶媒耐性を持っています。

一方のタイプは、サンプル側にテフロンをコーティングした天然ゴム製のものです。このセプタムは pH が 4.0 ～ 7.5 の範囲にあるサンプルに適しています。穴を空けられた後は溶媒に対してそれほど耐性がなく、シリコンゴムにくらべて容易に芯抜されます。芯抜されたセプタムのかすがバイアルに残り、クロマトグラムに影響を与えるおそれがあります。

もう一方のタイプは、片側あるいは両側にテフロンをコーティングした低抽出性高品質のシリコンゴムセプタムです。このセプタムはニードルで穴を空けられた後も溶媒に対する耐性があり、ニードルで芯抜きされにくくなっています。

より詳細な情報については Agilent の消耗品と補用品カタログを参照してください。

図 38 にバイアルキャップ開口の直径を示します。

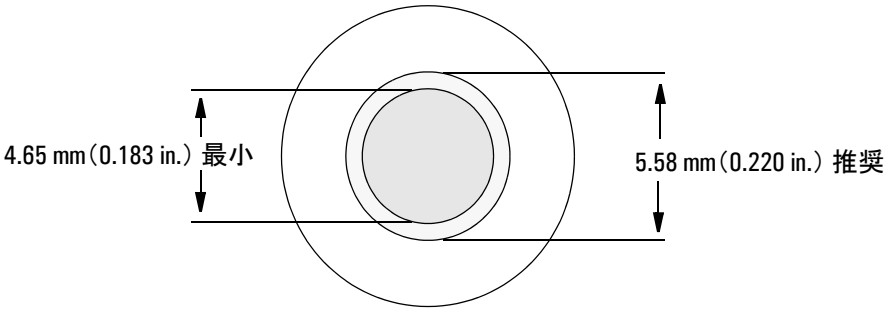


図 38.　バイアルキャップ開口の仕様

サンプルをバイアルに充填する

サンプルをバイアルに充填する推奨の容量は：

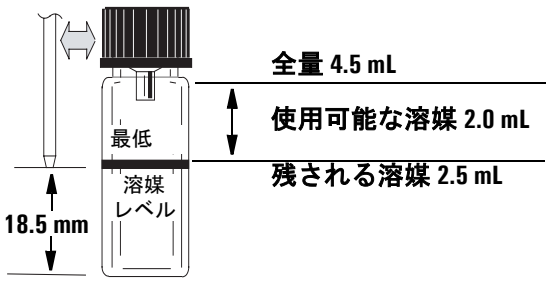
- 2mL バイアルでは 1mL のサンプル
- 100-µL バイアルでは l50 µL のサンプル

サンプルバイアル容量とそのクロマトグラフにもたらす影響についての詳細は、CD-ROM に入っている Sampling Techniques Handbook を参照してください。

溶媒ボトルと廃液ボトルを準備する

溶媒ボトルには、注入の前後でシリンジを洗浄するための溶媒を入れます。液体サンプラまたはインジェクタは洗浄に使用した溶媒とサンプルを廃液ボトルの中に捨てます。一度に連続して分析できるサンプルの数は、図 39 および図 40 に示す溶媒ボトルや廃液ボトルの容積によって制限されることがあります。

それぞれの溶媒ボトルを新鮮な溶媒ですすぎ、4 ～ 4.5 mL の溶媒を満たします。液面レベルはボトルの肩付近になります。Good laboratory practice には、4.5 mL の溶媒のうち 2.0 mL 以上は使用しないことを記述します。ニードル先端は、バイアルの底から 18.5 mm の高さで溶媒を吸引します。図 39 を参照してください。



溶媒ボトルあたりの洗浄回数

5 mL シリンジで 500 回洗浄
10 mL シリンジで 250 回洗浄
25 mL シリンジで 100 回洗浄
50 mL シリンジで 50 回洗浄
100 mL シリンジで 25 回洗浄

図 39.　溶媒を吸引するシリンジ先端の位置

ひとまとまりのバイアルを分析した後では、それぞれの廃液ボトルを空にしてす

すぎます。廃液ボトルの中に約 4mL の廃液を捨てることができます。図 40 を参照してください。

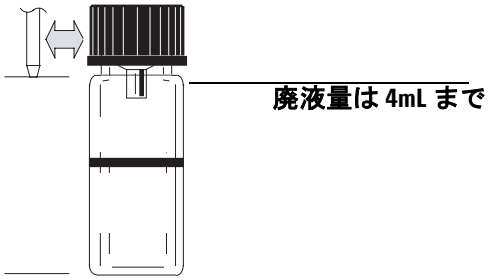


図 40.　廃液を捨てる時のシリンジ先端の位置

シリンジ

シリンジの点検

シリンジを取り付ける前に：

清浄で平らな面の縁でシリンジを転がしてみます。ニードルの先端が円を描く場合は、シリンジバレルに接続するニードルの付け根付近でニードルを少し曲げて、軸をまっすぐにし、そして再びシリンジを転がしてチェックします。図 41 を参照してください。

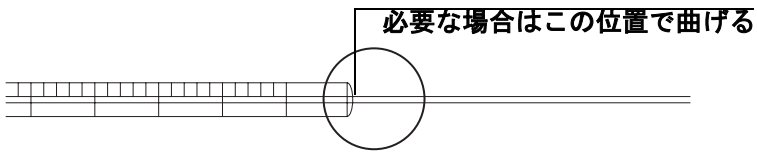


図 41.　シリンジニードルの点検

ニードルの表面荒さをチェックします。ニードル表面にきめ細かい同心円状の畝があると、ニードルはミニチュアのヤスリのように作用して、注入口やバイアルの中にセプタムの削り落としたかけらを落とします。畝は 10X 倍率のルーペで容易に見ることができます。

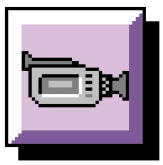
畝がある場合は、畝がなくなるまで、親指と人差指の間に細かい目の紙やすりを畳んでつまみその間にニードルを通して引っ張り研磨します。シリンジの先端を修正しないよう注意してください。

プランジャの固着をチェックします。シリンジのプランジャを数回上げ下ろしします。プランジャは引っ掛かったり節があったりしないで滑らかに動くべきです。固着している場合は、プランジャを取り外し、溶媒でクリーニングします。

詳細は、Sampling Techniques Handbook を参照してください。

シリンジを取り付ける

シリンジを取り付けるには：



1. GC からサンプラまたはインジェクタケーブルの接続を切り離し、平らな面の上にサンプラまたはインジェクタの背を置きます。
2. ドアを開きます。
3. シリンジが取り付けられる位置になるまで、シリンジキャリッジを上に（または下に）スライドさせます。図 42 を参照してください。
4. ニードルサポートフットにある穴にシリンジニードルを通します。
5. シリンジバレルをフランジガイドとシリンジクリップに合わせてシリンジを押してはめ込みます。ニードルサポートフットの穴にニードルが通ったままにしておきます。
6. シリンジラッチを時計回りに回転させて固定します。

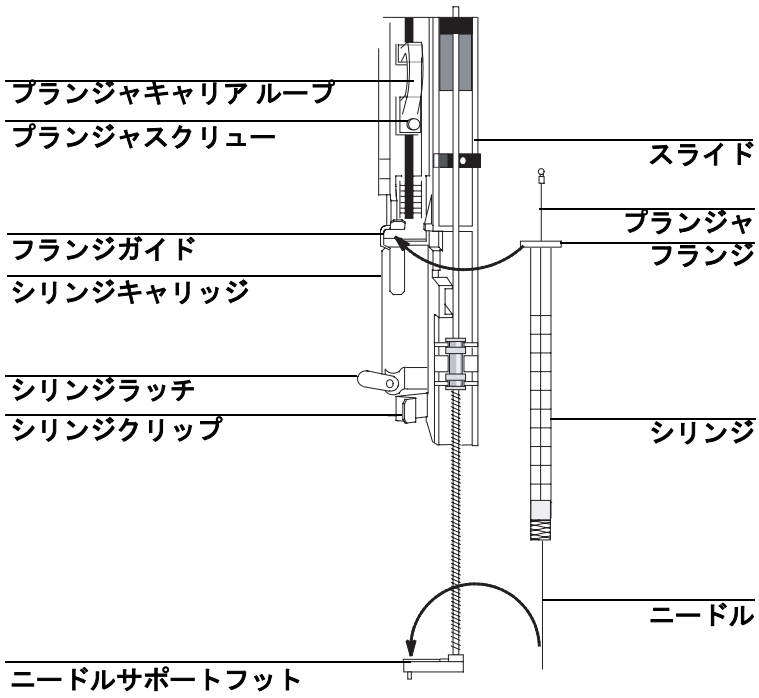


図 42. シリンジを取り付ける

7. プランジャキャリアループを下に動かして、プランジャスクリューを締めます。
8. プランジャキャリアループを上下に動かします。シリンジプランジャがキャリアと一緒に動かない場合は、前のステップを繰り返します。プランジャスクリューがしっかりと締まっていることを確認します。

9. スライドを上下に動かして、ニードルがニードルガイドフットと同軸になっていることをチェックします。ニードルはニードルガイドの中をスムーズにスライドすべきです。図 43 を参照してください。

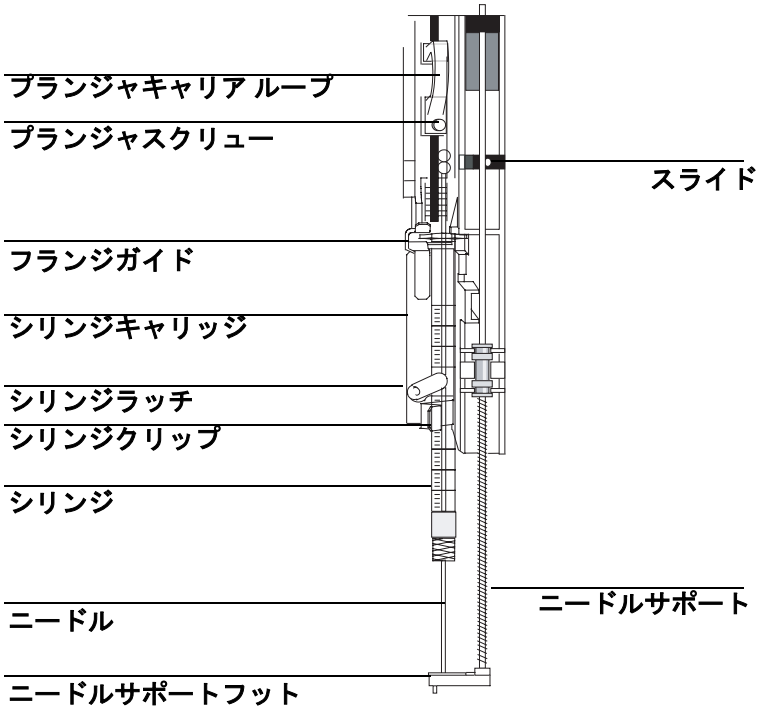


図 43. ニードルを取り付けた状態のシリンジキャリッジとニードルサ ポート

注意 定位置にシリンジを取り付けていない状態でインジェクタまたはサンプラを操作しないでください。シリンジラッチがぶらぶらした状態では、シリンジラッチがモーターの動きを妨害するおそれがあります。

10. ニードル先端が注入口セプタムナット上部のすぐ上に来る位置まで、シリンジキャリッジを引き下ろします。

    ニードルはセプタムリテーナナットのホールのちょうど中心に来なければなりません。ニードルがナットの上をこすらないでセプタムに打ち込まれることを確認します。

11. ニードルがセプタムリテーナナットの中心に来ない場合は、シリンジがシリンジキャリッジに正確に取り付けられているか、シリンジニードルが真っ直ぐになっているか、ニードルサポートアセンブリが正しく取り付けられているか、をチェックします。

シリンジの取り外し

1. GC からインジェクタまたはサンプラケーブルの接続を切り離し、平らな面の上にインジェクタまたはサンプラの背を置きます。
2. プランジャスクリューを緩め、そしてシリンジからプランジャキャリアループを外して上に上げます。
3. シリンジラッチを開きます。

注意

シリンジニードルを曲げないように注意してください。キャリッジからは上に抜ける状態になるまでだけシリンジを外します。ニードルがニードルサポートに通されている状態では、ニードルは容易に曲がります。

4. シリンジフランジをフランジガイドから慎重に外して上に持ち上げられるようにし、それから上に持ち上げてシリンジニードルをニードルサポートから抜きます。

ニードルサポートアセンブリを交換する

ニードルサポートアセンブリを取り外すには（図 44）：

1. すべてのバイアルをタレットから取り除き、GC からインジェクタまたはサンプラケーブルの接続を切り離し、平らな面の上にインジェクタまたは液体サンプラの背を置きます。
2. ドアを開きます。
3. シリンジキャリッジを上にいっぱいまでスライドさせます。

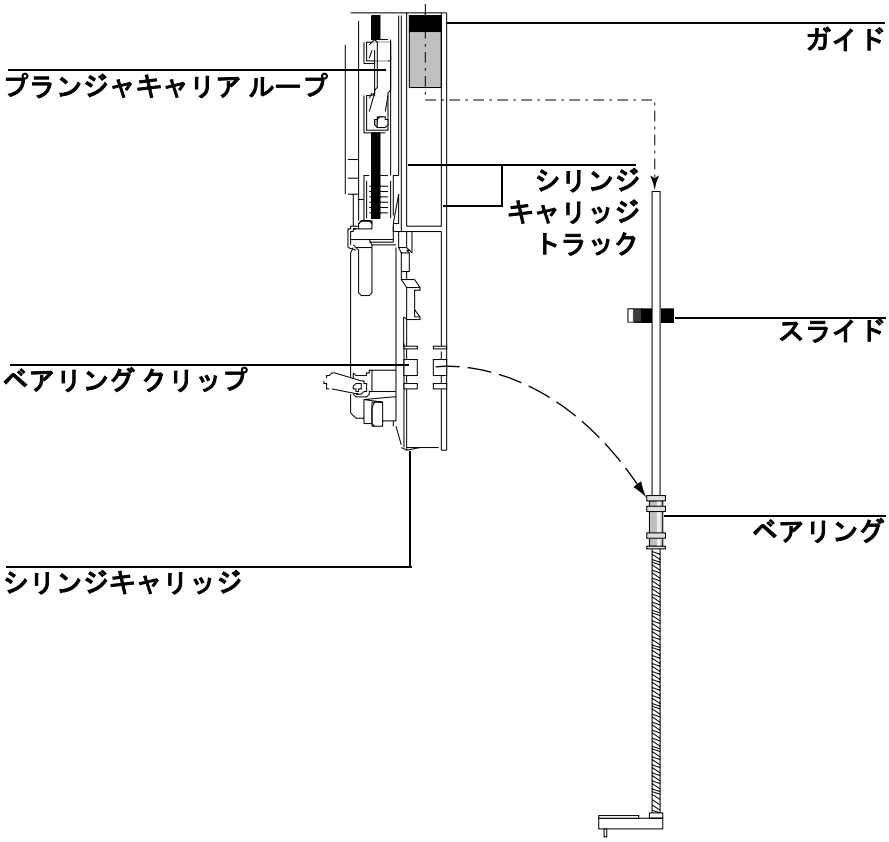


図 44.　ニードルサポートアセンブリの取り外し

4. ニードルサポートアセンブリにあるベアリングの近くでシャフトの下を指でつまんで穏やかに引っ張って、シリンジキャリッジのベアリングクリップからベアリングを取り外します。
5. ベアリングを持ってサポートアセンブリがシリンジキャリッジを離れるまでロッドを慎重に引き降ろします。

注意　金属シャフトを持ってアセンブリを引っ張らないように注意してください。シャフトは簡単に曲がります。

6. ニードルサポートアセンブリを取り付けるには、図 45 を参照して正しい種類を選択してください。右手でアセンブリを持ち、ロッドの上端をプランジャキャリアループの右にあるプラスチックガイドに挿入します。

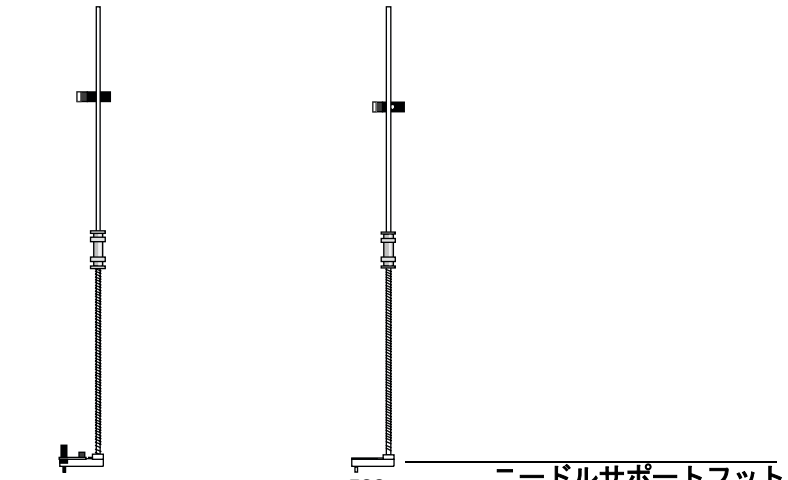


図 45. ニードルサポートアセンブリ

7. ニードルサポートアセンブリを回転させ。図 46 に示されるよう、スライドの平らな表面がシリンジキャリッジトラックを上下に滑るように置きます。

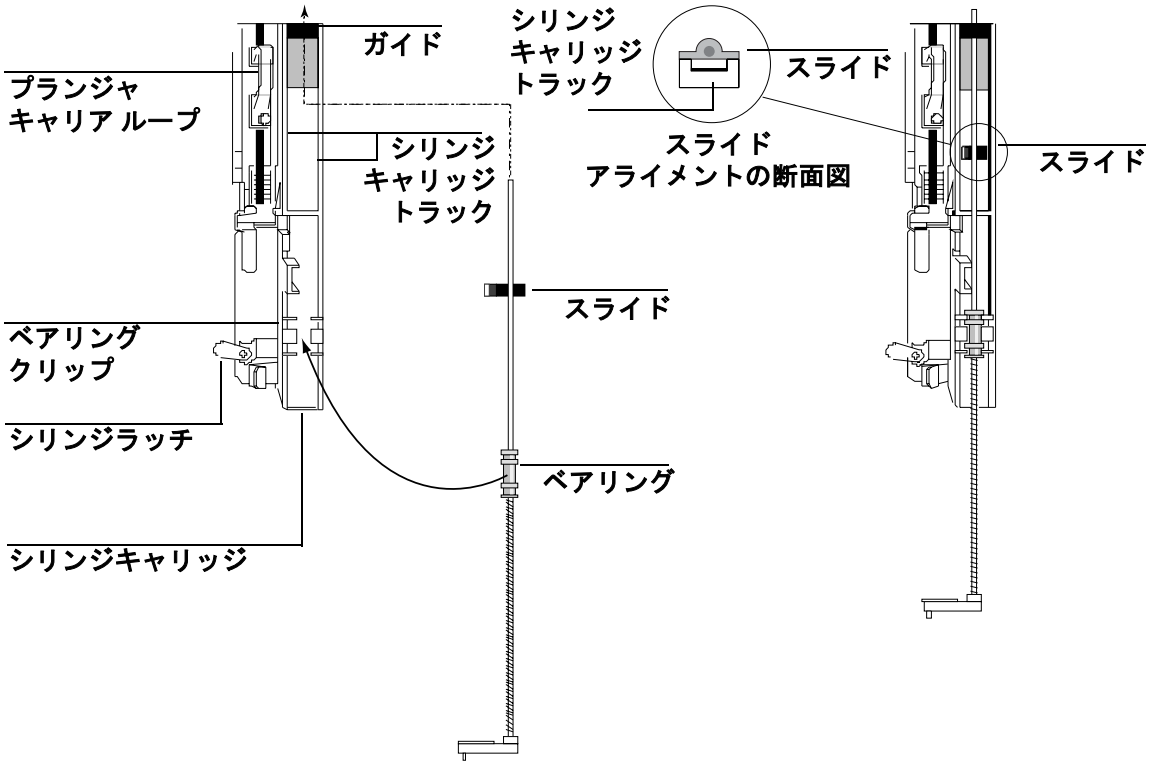


図 46. ニードルサポートアセンブリを取り付ける

8. ニードルサポートアセンブリに付いているベアリングをシリンジラッチの右にあるプラスチックのベアリングクリップに合わせて穏やかにベアリングを押し、アセンブリをはめ入れます。
9. G2613A インジェクタまたは液体サンプラを GC の上に戻すか、またはパーキングポストの上に置きます。

注意 取り付け中にニードルの先を曲げないよう注意してください。

注意 定位置にシリンジを取り付けていない状態でインジェクタまたはサンプラを操作しないでください。シリンジラッチがぶらぶらした状態では、シリンジラッチがモーターの動きを妨害するおそれがあります。

10. シリンジを取り付けます。詳しくは、222 ページの「シリンジを取り付ける」を参照してください。
11. スライドを上下に動かして、ニードルがサポートフットのニードルガイドと中心が合っていることを確かめます。ニードルはニードルガイドの中をスムーズにスライドすべきです。

Cool on-column 注入口

手法

Cool On-Column 注入口を使用する場合には、自動液体サンプラまたはインジェクタは、直接 250-µm、320-µm、530-µm に対して注入を行います。

Cool On-Column 注入を行う場合には、インジェクタは以下のことを行います :

- キャリッジ速度を遅くして、注入時間全体が 500 ミリ秒長くなるようにします。
- シリンジニードルの先端をカラムからさらに 19 mm 下げます。

Cool on-column 注入に適合させる

インジェクタと GC を Cool On-Column の使用に適合させる :

1. カラムサイズに合った Cool On-Column シリンジニードルを選択します。部品の一覧については、Agilent の消耗品と補用品カタログと、166 ページの「Cool On-Column 注入口のメンテナンス」を参照してください。
2. GC 注入口を用意します。166 ページの「Cool On-Column 注入口のメンテナンス」を参照してください。
   - ニードルに対するカラムの大きさを確認します。
   - インサートがニードルの大きさに合っていることを確認します。
   - 必要な場合はセプタムを交換します
3. 正しいニードルサポートアセンブリがインジェクタに取り付けられていることを確認します。必要な場合は交換します。224 ページの「ニードルサポートアセンブリを交換する」を参照してください。
4. 必要な場合は、インジェクタを GC に取り付けます。
5. シリンジを取り付けます。222 ページの「シリンジを取り付ける」を参照してください。
6. タレットを時計回りに回転させ、止まったら、ニードルが注入口に入るまでシリンジキャリッジを手で下に滑らせて、取り付けを確認します。

6850 自動液体サンプラ

サンプルタレット

サンプルタレットには、27 個の 2ml バイアル位置があります。オプションの 4ml サンプルバイアルタレットには、22 個のバイアル位置があります。図 47 を参照してください。Agilent Cerity Chemical または ChemStation コントロールソフトウェアを使用すると、サンプルバイアルを順不同で解析できます。G2629A コントロールモジュールを使用して制御する場合、サンプルバイアルをラン順に並べる必要があります。

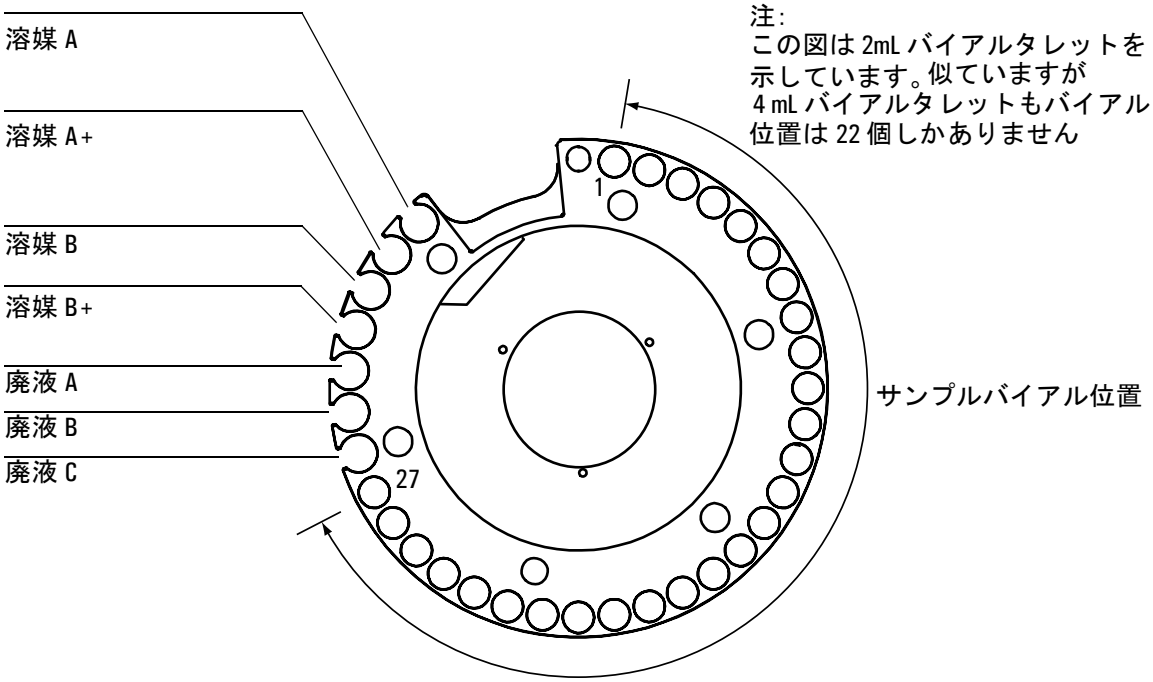


図 47. 6850 自動液体サンプラのタレット（2 mL バージョン）

溶媒および廃液ボトルの使用方法

シリンジを洗浄するとき（注入前および注入後）、溶媒を全容量の 80 % まで注入し、それを廃液ボトルに入れます。洗浄のために十分な量の溶媒が必要です。また、使用済みの溶媒を入れるために廃液ボトルが必要です。

どちらのタレットタイプでも、注入前および注入後のすすぎ用に 1、2、または 4 本の溶媒ボトルを使用できます。使用する溶剤ボトルの本数は、注入前の洗浄と注入後の洗浄に異なる溶媒を使用するかどうか、また、測定するサンプルに必要な溶媒の量によって異なります。

ボトル	用途
溶媒 A	使用する溶媒の量が 2mL 未満の場合にはこのボトルだけの使用が可能です。溶媒 A または溶媒 B が必要です。
溶媒 A+	使用する溶媒の量が 2mL を超える場合に使用する追加の溶媒 A
溶媒 B	使用する溶媒の量が 2mL 未満の場合にはこのボトルだけの使用が可能です。溶媒 A または溶媒 B が必要です。
溶媒 B+	使用する溶媒の量が 2mL を超える場合に使用する追加の溶媒 B
廃液 A	空。溶媒 A および A+ での洗浄後の廃液が入ります。溶媒 A を使用する場合に必要です。
廃液 B	空。溶媒 B および B+ での洗浄後の廃液が入ります。溶媒 B を使用する場合に必要です。
廃液 C	空。サンプルの洗浄による廃液が入ります。常に必要です。

必要なボトルの数

ボトル	用途
1	必要な溶媒が 2mL 未満であり 注入前と注入後の洗浄に同じ溶媒を使用する場合
2	必要な溶媒が 2 ～ 4 mL であるか 注入前と注入後の洗浄に別の溶媒を使用する場合
4	溶媒が 4mL を超える場合

必要な溶媒

2mL の溶媒を使用して分析できるサンプルの数を概算する方法の詳細については、6850 GC User Information の CD-ROM の「Injection Techniques」のセクションを参照してください。

経験が示すところでは、汚染の可能性を減らすために、4mL ボトルの溶剤の半分だけを使用するのが適当です。インジェクタは、ボトルの中のあとの 2mL には届きません。

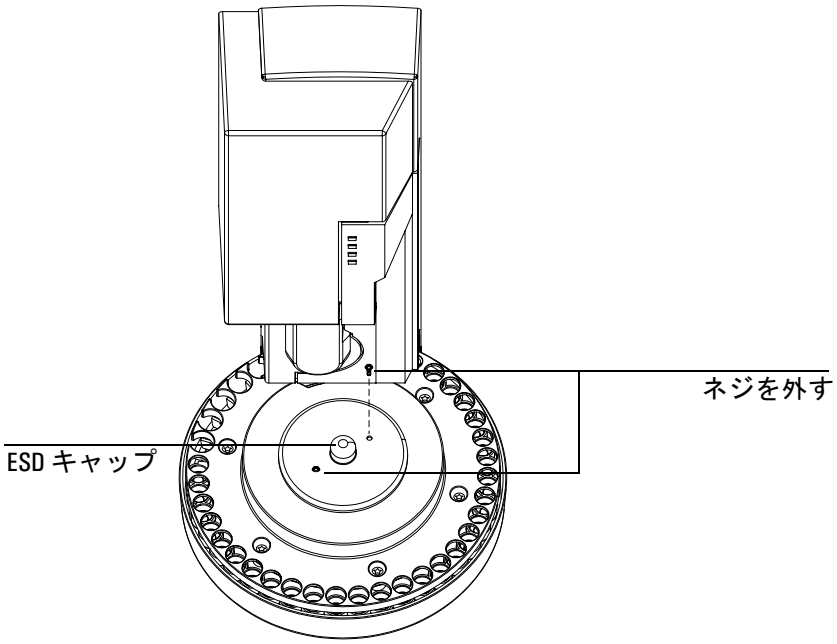
溶媒のレベルは常に、溶媒ボトルの 「最小溶媒レベル」のマークより上に保つ必要があります。

タレットの充填

1. 測定するすべてのサンプルをタレットに入れます。必ずサンプルをそのシーケンス（コントロールモジュールまたは ChemStation/Cerity Chemical コントロールの場合）または Work List（Cerity コントロールの場合）に対応するタレット位置に置いてください。バイアル位置にはラベルがついています。
2. 洗浄した空の廃液ビンを適当な廃液位置に置きます。廃液 C の位置には常にボトルを置く必要があります。
3. 溶媒ボトルを（必要に応じて）溶媒の位置に置きます。

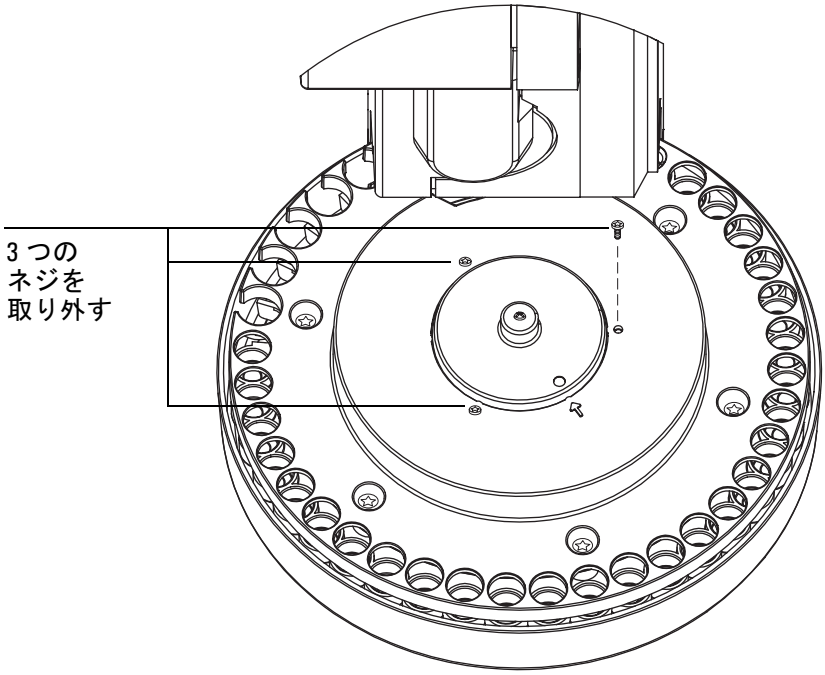
タレットの取り外し

1. すべてのバイアルをタレットから取り外します。
2. シリンジおよびニードルサポートフットを取り外します。
3. ESD キャップの 2 つのプラスチックネジを取り外し、モーターハブからキャップを取り外します。

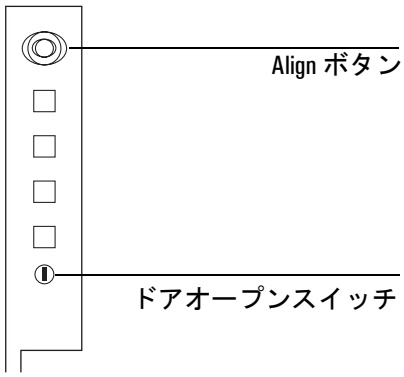


注意 中央の取り付けネジを緩めてはいけません。このネジはモーターハブを固定しています。

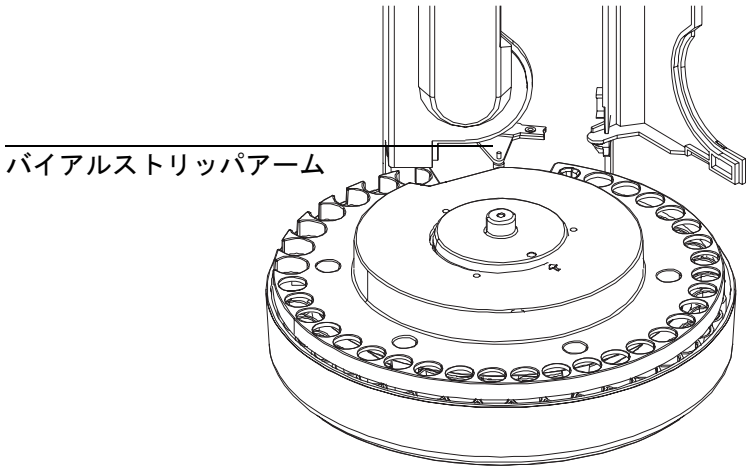
4. タレットの 3 つの取り付けネジを取り外します。



5. シリンジのドアを開け、ドアオープンスイッチを押したまま、Align ボタンを押します。



トレーが図に示す位置まで回転します。バイアルストリッパアームのローラのタレットに対する位置に注意してください。



6. タレットを取り出すために、タレットをまっすぐ上に持ち上げて、モーターハブから解放します。
7. タレットのふちの近くを上に傾け、ゆっくりと手前に引き上げ、バイアルストリッパアームのローラをクリアします。手前に引きすぎるとモーターハブに当たることがあります。
8. ストリッパをクリアするように時計回りに回転し、次に同時にインジェクタ本体をクリアするように、それを持ち上げながら同時に逆時計回りに回転します。タレットを取り外します。

   タレットの底がモーターハブに当たりやすいので注意してください。バイアルを取り出した場合、空のバイアル位置を通して見ることができます。タレットの内側のエッジがハブに当ってないかどうか確かめてください。

タレットの取り付け

この手順は、先に説明した取り外しと逆の手順です。

1. タレットを回転して、タレットの切込み部分をインジェクタに向けます。
2. タレットをハブの上に置き、タレットの底のメタルリップがハブを超えて、先端が下に傾くようにします。タレットのエッジをハブとインジェクタ本体のエッジの間に指し込みます。それをゆっくりと内側に押し下げ、ハブの上に押しつけます。
3. ハブの上のタレットを回転し、タレットの上の矢印がハブの円形の窪みと重なるようにします。タレットはハブにぴったりと重なります。

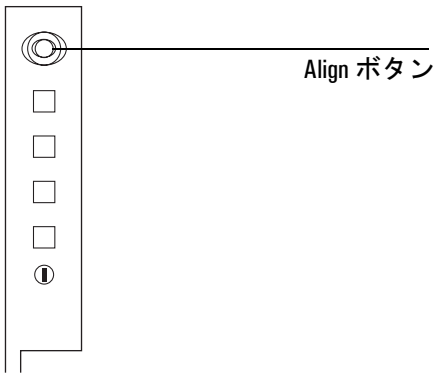
4. 1 つの取り付けネジを取り付け、タレットを回転します。外側のエッジが水平を保つようにします。残りのネジを取り付けます。
5. ESD キャップを取り付けます。
6. タレットのアライメントを行います。234 ページの「タレットのアライメント」を参照してください。

タレットのアライメント

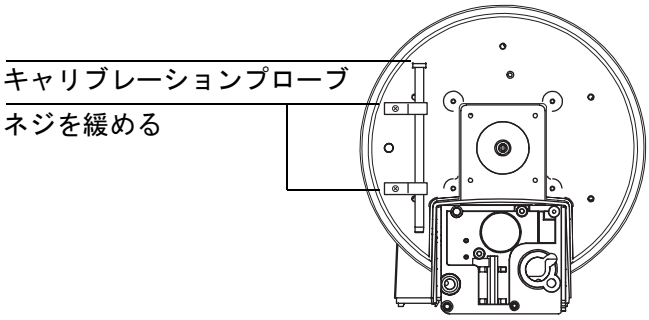
アライメントの手順によって、6850 ALS で取り付けたタレットを使用して操作を行う準備を完了します。

タレットタイプを変更した後（2mL バイアルタレットから 4mL バイアルタレットへ、またはその逆）、必ずアライメントを行います。

1. すべてのバイアルをタレットから取り外します。インジェクタドアを開き、シリンジを取り出します。
2. ニードルサポートアセンブリを取り外します。224 ページの「ニードルサポートアセンブリを交換する」を参照してください。
3. Align ボタンを押します。インジェクタおよびタレットが一連のチェックを実行します。



4. キャリブレーションプローブをタレットの底に固定しているクランプのネジを緩め、プローブを取り外します。クランプは取り外してはいけません。

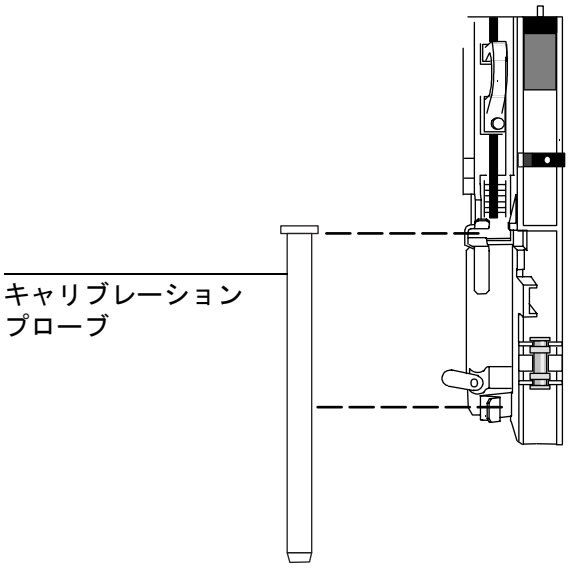


5. 6850 の画面に下記のメッセージが表示されます。

   `Install calib probe`（キャリブレーションプローブを取り付けてください）

   `press align button`（Align ボタンを押してください）

   このとき、キャリブレーションプローブをシリンジキャリアに取り付けます。プローブを取り付ける方法は、シリンジと同様です。Align ボタンを押します。



6. アライメントが完了したとき、インジェクタドアが閉まっていれば、緑のランプが点灯します。ドアが開いていれば赤いランプが点灯します。キャリブレーションプローブを取り外し、それをタレットの下のクランプに固定します。

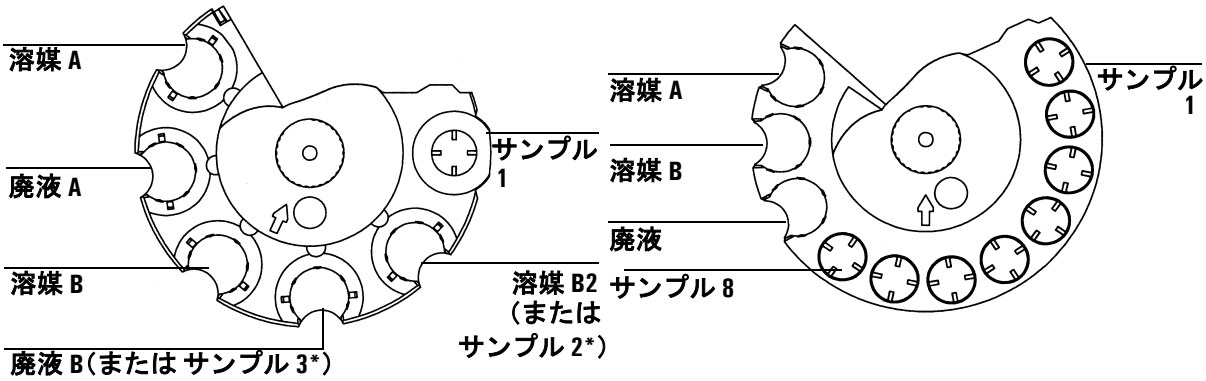
   6850 ALS のアライメントが失敗した場合、インディケーターランプの意味、考えられる原因および解決策の詳細について、6850 GC User Information の CD-ROM のインジェクタと自動サンプラに関するセクションを参照してください。

7. ニードルサポートアセンブリを取り付けます。

6850 自動インジェクタ

タレットの装填

標準のインジェクタタレットには 1 本のバイアルを置くことができ、オプションのインサート（部品番号 07673-40150）を取り付ければ 3 本までのバイアルを置くことができます。8 サンプルポジションタレットを使用すれば、8 本までのサンプルバイアルを置くことができます。図 48 を参照してください。



*** ここにサンプルバイアルを置くにはオプションのインサート（部品番号 07673-40150）が必要。**

図 48. タレットに置かれるバイアルの配置

タレットの交換

インジェクタには 2 種類のタレットが付属しており、どちらのタレットでも使用できます。

タレットを取り外したり交換する必要がある場合は、適切な交換作業ができるよう以下の説明に従ってください。

1. GC からインジェクタケーブルの接続を切り離します。
2. インジェクタドアを開きます。タレットの上部から菱目ナットを緩めて取り外します。図 49 を参照してください。

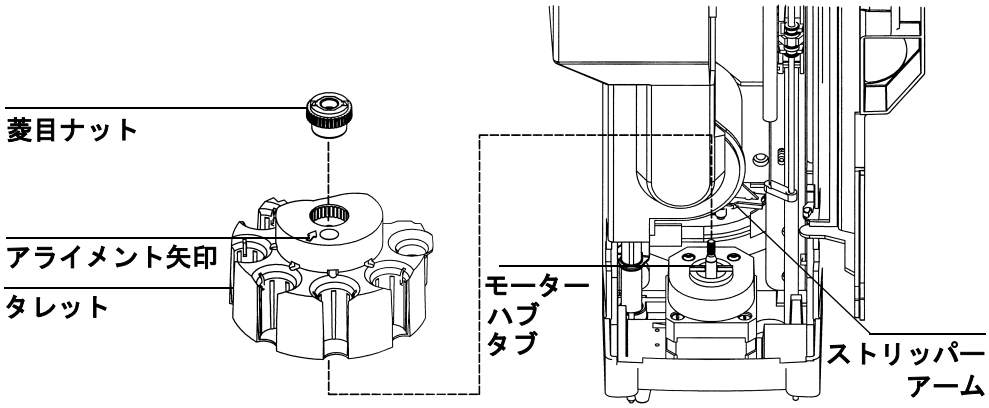


図 49. タレットの取り外し

3. タレットを回転し、空間のある側がタワー背面に向くようにします。つまりタレット上面の矢印が背面に向かうようにします（図 49 を参照）。ストリッパーアームを後方に押してタレットを持ち上げると、タレットはセンターシャフトから外れます。
4. 交換するタレットを取り付けるには、モーターハブ上にあるタブをタレットの裏側にある溝に合わせます。
5. ストリッパーアームをタワーの後方に押して、空間のある側がタワー背面に向くように、つまりタレット上面の矢印が背面に向かう状態でタレットを挿入します。タレットの溝をモーターハブのタブに合わせて取り付けます。必要な場合はそれが完全に所定の位置に落ちるまでタレットをゆっくりと回転させ、タレットをハブの上にはめます。貫通したシャフトの最上部はタレットの最上部とほぼ同じ高さになるようにします。
6. 菱目ナットを取り付けて、しっかりと締めます（手締め）。
7. インジェクタドアを閉じます。
8. インジェクタケーブルを GC に差し込み、Ready ライトの点灯を確認します。

サンプルをサンプリングするニードルの深さの確度を上げるには、タレットを交換するたびに、タレットアライメント作業を実行してください。237 ページの「タレットをアライメントする」を参照してください。

タレットをアライメントする

サンプルをサンプリングするニードルの深さの確度を上げたい場合は、インジェクタのタレットを交換した後で、このアライメント作業を実施してください。また Align Mode ライトが点灯している場合も、このアライメント作業を実施します。

1. Align Mode ライトが点灯している場合は、この手続が実施されるまで、インジェクタは操作できません。
2. インジェクタを稼動していないときに、インジェクタタワードアを開きます。
3. シリンジキャリッジを上にいっぱいまでスライドさせます。224 ページの「シリンジの取り外し」を参照してください。
4. ニードルサポートアセンブリをインジェクタから慎重に取り外します。詳しくは、224 ページの「ニードルサポートアセンブリを交換する」を参照してください。
5. ペンの先で表示ライトの上に付いているアライメントボタンを押してからドアを閉じます。図 50 を参照してください。

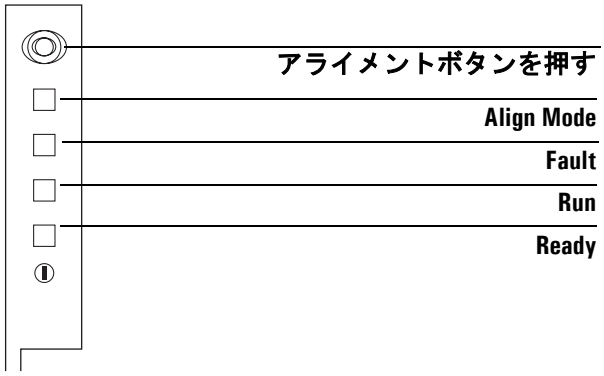


図 50. タレットをアライメントする

6. インジェクタは以下のステップを実行します：
   - タレットが回転してニードルサポートアセンブリが取り外されていることを確認します。それからまた回転してどの種類のタレットが取り付けられているか決定します。
   - シリンジキャリッジは下までいっぱいに降り、再び上へ戻って、タレットをクリアします。
   - シリンジキャリッジはタレットに接触するまで小刻みにステップダウンします。これによりタレットに対する相対的な位置がセットされます。
   - プランジャが移動し各ストップ位置をキャリブレーションします。
7. アライメントが完了すると、Ready ライトが点灯し、サンプラはレディ状態に復帰します。ニードルサポートアセンブリとシリンジを取り付けます。

   インジェクタがアライメントに失敗した場合は、239 ページの「フォールト」を参照してください。

フォールト

インジェクタ上にある 4 つのライトでその状態を示します（図 51）。

通常の操作では、Ready ライトが点灯しています。インジェクタが仕事をしているときは、Run ライトが点灯しています。

別のライトの組み合わせが点灯している場合は、エラーが発生していることを示します。

Agilent サービスに連絡をする前に、以下の手順を使用して問題の解決を試みてください。

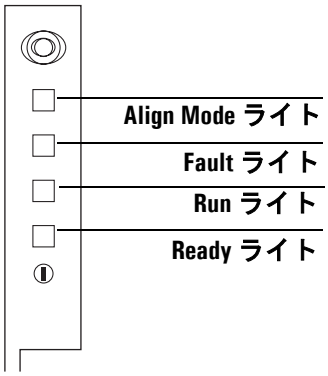


図 51. インジェクタステータスライト

どのライトも点灯していない

考えられる原因

- GC への電源が OFF になっている。
- インジェクタケーブルの不良、または GC との接続不良。
- GC がサービスを必要としている。

提案される対策

1. インジェクタが適切に GC に接続されていることを確認します。
2. GC への電源をチェックします。
3. Agilent サービスに連絡します。

Fault ライトが点灯している

考えられる原因

インジェクタドアが開いている。

提案される対策

1. インジェクタドアが閉じていることを確かめます。
2. Fault ライトがそのまま点灯している場合は、Agilent サービスに連絡します。

Fault ライトと Run ライトが点灯している

考えられる原因

- インジェクタが誤ってマウンティングポストの上に乗せられている。
- マウンティングポストが正しくない。

提案される対策

1. インジェクタが正しく装着されていることを確認します。詳細は 242 ページの「サンプラまたはインジェクタを 6850 GC に装着する」を参照してください。
2. 正しいマウンティングポストが取り付けられていることを確認します。
3. Fault ライトがそのまま点灯している場合は、Agilent サービスに連絡します。

Align Mode ライトが点灯している

考えられる原因

- タレットが適切に取り付けられていない。
- 電源を ON にしたままで、タレットを別の種類に交換した。
- システムが初期化されていない。
- インジェクタメモリエラーがある。

提案される対策

1. タレットが適切に取り付けられていることを確かめます。236 ページの「タレットの交換」を参照してください。
2. アライメント作業を実行してシステムを初期化します。237 ページの「タレットをアライメントする」を参照してください。

Align Mode ライトが点灯し、他のすべてのライトが点滅している（6850 自動液体サンプラのみ）

考えられる原因

タレットのアライメントの途中である。

提案される対策

キャリブレーションプローブを取り付け、Align ボタンを押し、アライメントを完了します。

すべてのライトが点灯している

考えられる原因

- ケーブル接続が外れかけている。
- サーキットボードに障害がある。
- ファームウェアリビジョンにコンフリクトがある。

提案される対策

1. すべてのケーブル接続をチェックします。
2. 装置を OFF にして、再度 ON にします。
3. ライトが点灯し続けている場合は、Agilent サービスに連絡します。

サンプラまたはインジェクタを 6850 GC に装着する

図 52 を参照して、マウンティングポストとインジェクタを装着します。

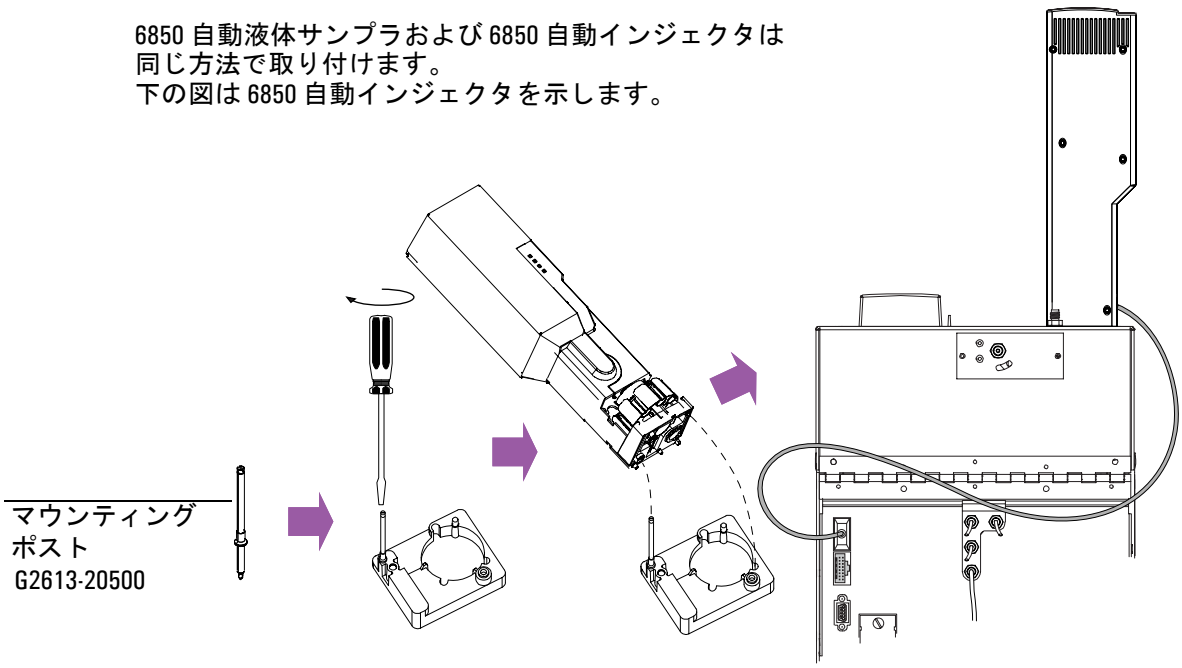


図 52.　マウンティングポストの取り付けとインジェクタの装着

インジェクタマウンティングブラケットとポストを取り付ける

図 53 を参照して、インジェクタマウンティングブラケットを取り付けます。

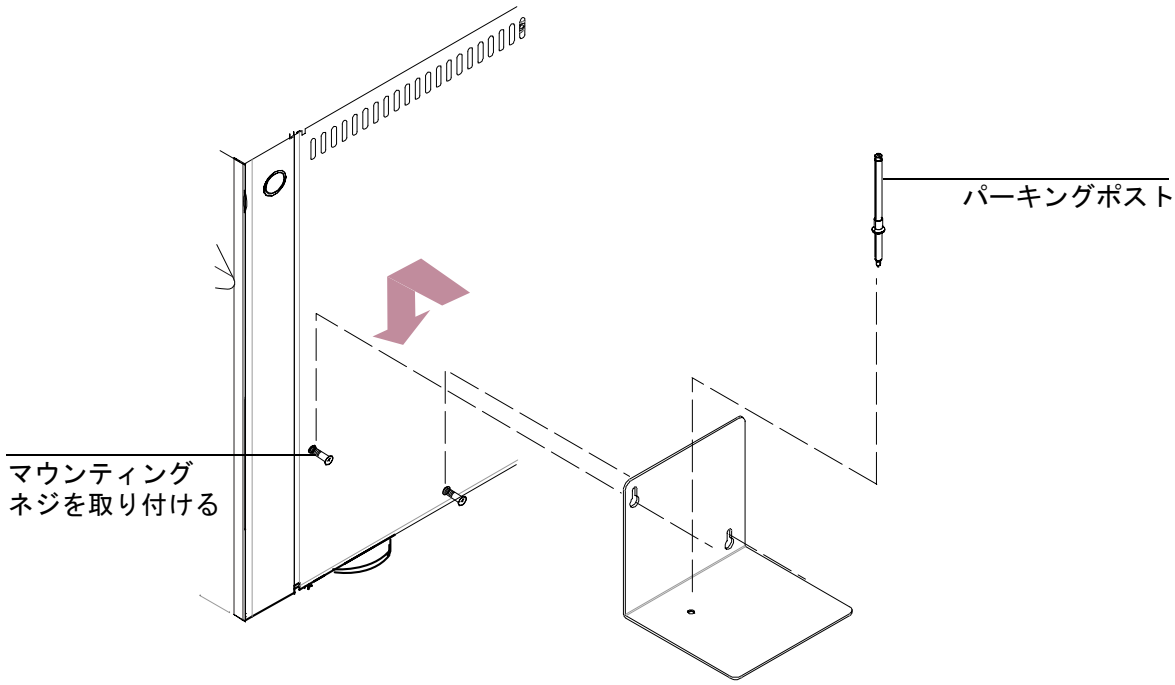


図 53.　GC の側面へのインジェクタマウンティングブラケットの取り付け

据え付け

据え付けのチェックリスト

下の表は 6850 GC の据え付けのステップを要約しています。Agilent 6850 の据え付けポスターも参照してください。

ステップ	
1. TCD とベント（出口）から保護キャップを外します。	q
2. すべてのケーブル類を接続します。	q
3. 栓を取り外しカラムを取り付けます（ラベルを前向き）。	q
4. 冷媒冷却コイル（もしあれば）を取り付けます。ブラケットを曲げてコイルを固定します。	q
5. サンプラがあれば取り付けてケーブルを接続します。	q
6. ガス取り入れ口のキャップを外し、供給ガスに接続します。サンプリングバルブが取り付けられている場合は、サンプルラインに接続します。	q
7. 供給ガスの圧力を調整し、接続に漏れがないことを確認します。	q
8. GC を On にします。冷媒冷却フィルタ（もしあれば）および冷却剤を接続します。	q
9. CHECKOUT メソッドを読み込み "Ready..." になるまで待ちます。	q
10. マニュアル注入の場合は、チェックアウトサンプルを準備し、スタートします。	q
11. サンプラの場合は、チェックアウトサンプルを用意し、開始します。	q
12. クロマトグラフピークが正常に出ることを確認します。	q
13. コントロールモジュールがあれば差し込みます。	q

* 詳細は、247 ページの「冷媒によるオーブン冷却システムの準備」を参照してください。

IP アドレスの設定

6850 GC に装着されている可能性がある 3 つの LAN カードはそれぞれ、GC の IP アドレスを取得する方法が異なります。表 38 に、LAN カードの種類と使用可能なコントロールモードを示します。

表 38. 使用可能なコントロールモード

LAN カード	コントロールモード	GC ファームウェア
J2552B	BootP[a]	A.03.XX 以上
J4100A[b]	BootP[a]、GC フロントパネル	A.03.XX 以上
Lantronics	DHCP、GC フロントパネル、コントロールモジュール	A.03.XX 以上

a. BootP サーバソフトウェアのコピーについては、Cerity Chemical または ChemStation ソフトウェアの CD を参照してください。
b. アドレスをローカルで指定するには、LAN カードファームウェアリビジョン K.08.04 以上が必要です。

装着されている LAN カードを検出するには どの LAN カードが装着されているか確認するには、以下の手順を実行します。

どの LAN カードが GC に取り付けられているかわからない場合 :

1. GC をオフにします。
2. LOAD を押し下げ、GC をオンにします。LOAD を押したまま、ディスプレイに 5 つのドットが表示されるまで待ちます。
3. GC が起動すると、以下の画面のいずれかが表示されます。

```
DHCP MODE:
DISABLED
```

Lantronics card installed

または

```
IP ADDRESS
XXX.XX.XX.XX
```

Card J4100A installed

GC にどちらの画面も表示されない場合、GC はカード J2552B またはカード J4100A、およびローカル IP アドレス指定をサポートしていないファームウェアを使用しています。この場合、BootP を使用して IP アドレスを取得する必要があります。

IP アドレスをローカルで設定するには

注意 入力した IP アドレスが正しいこと、およびそれが他のデバイス（プリンタなど）で使用されていないことを確認してください。

1. GC をオフにします。
2. LOAD を押し下げ、GC をオンにします。LOAD を押したまま、ディスプレイに 5 つのドットが表示されるまで待ちます。
3. GC が起動すると、以下の画面のいずれかが表示されます。

DHCP MODE: DISABLED	または	IP ADDRESS XXX.XX.XX.XX
Lantronics card installed		Card J4100A installed

DHCP MODE が表示された場合は、DISABLED に設定されていることを確認します。DISABLED に設定されていない場合は、s または t を押してモードを DISABLED に変更します。LOAD を押して IP ADDRESS 値を調整します。

4. 以下の画面が表示されます。

```
IP ADDRESS
XXX.XX.XX.XX
```

5. LOAD を押して IP ADDRESS 値を調整します。s または t を押して値を変更し、LOAD を押して 1 つの値から次の値に移ります。
6. IP ADDRESS が完了すると、以下のメッセージが表示されます。

```
DEFAULT GATEWAY
XXX.XXX.XXX.XXX
```

IP ADDRESS の変更と同じ方法で DEFAULT GATEWAY を変更します。

7. 同じ方法で、SUBNET MASK 値を変更します。
8. GC の電源を入れ直して新しい設定値を有効にします。

DHCP を使用して IP アドレスを設定するには

1. GC を OFF にします。
2. LOAD を押し下げ、GC を ON にします。LOAD を押したまま、ディスプレイに 5 つのドットが表示されるまで待ちます。
3. GC が起動すると、以下の画面が表示されます。

```
DHCP MODE:
DISABLED
```

4. s または t を押して ENABLED に変更します。もう一度 LOAD を押します。ディスプレイに GC の MAC ADDRESS が表示されます。MAC ADDRESS を変更することはできません。必要に応じて MAC ADDRESS を記録します。
5. 電源を入れ直して DHCP MODE をアクティブにします。

排気管の安全な接続

FPD には、検出器カバーの後ろにプラスチックの排気管があります。通常運用の最中、FPD 検出器 は水蒸気を発生します。排気管は正しく排気してください。

µECD では、リッドの後ろに排気管があります。この管を換気フードに接続するか、放射能安全管理者または保険安全組織で指示された場所に直接接続してください。詳細については、7 ページの「µECD の警告」を参照してください。

冷媒によるオーブン冷却システムの準備

警告 加圧液体 CO_2 は危険物質です。高圧および低温から人体を保護するように、予防策を講じてください。高濃度の CO_2 は人体に有害です。危険レベルの濃度を防止するために、予防策を講じてください。推奨する安全策および搬送システム設計については、サプライヤにお問い合わせください。

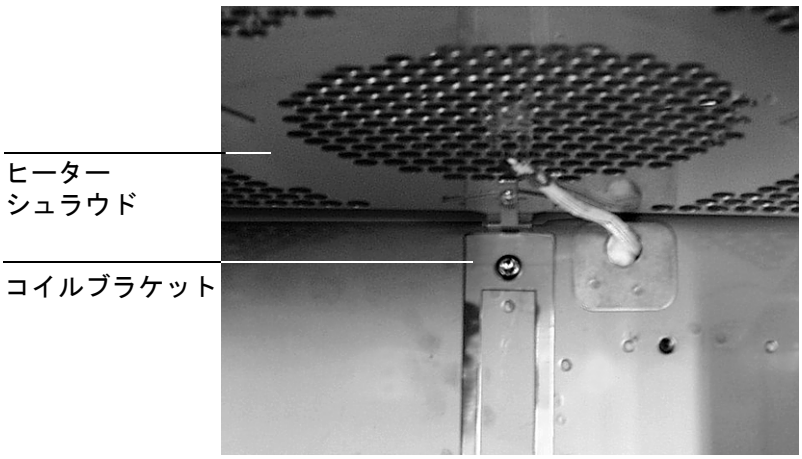
警告 液体 CO_2 を銅管および薄いステンレス鋼管に通してはいけません。圧力点で凍結し、爆発することがあります。

注意 液体 CO_2 を -40 ℃ 以下の温度で冷却剤として使用してはいけません。なぜなら GC オーブンの中で液体が膨張し、固体の CO_2（ドライアイス）に変化することがあるからです。オーブン内にドライアイスが堆積すると、GC に重大な損傷が起こることがあります。

CO_2 冷媒によるオーブン冷却システムを GC と合わせて注文された場合、オーブン用の冷却コイルおよび冷媒シャーシのフィルタは取り付けられていない状態で納入されます。これは、取り付けた状態で搬送すると損傷の可能性があるからです。

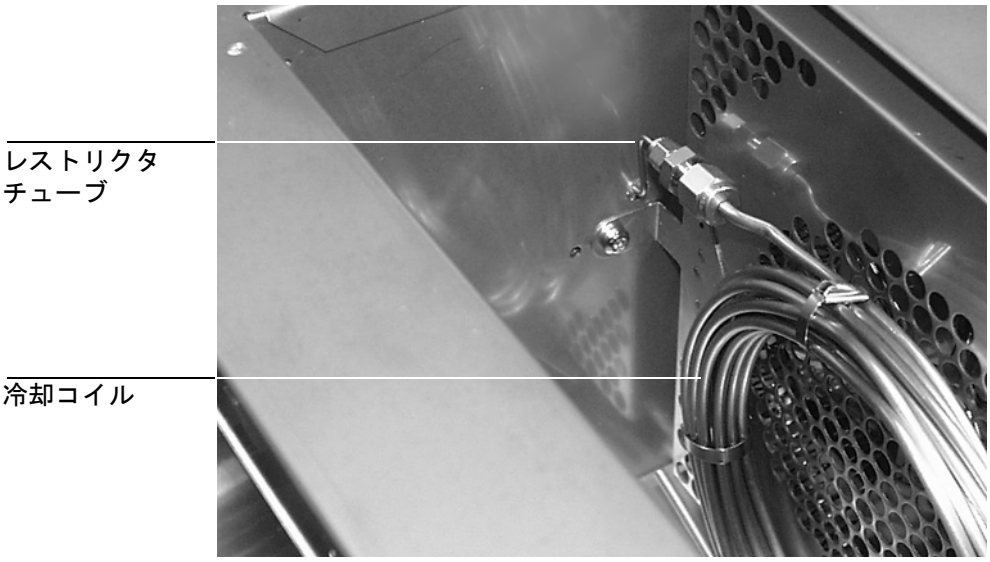
冷却コイルの取り付け

1. オーブンの内側の底面中央にコイルブラケットがあります。これはヒーターシュラウドの底面を固定しているネジと同じネジで固定されています。



2. 冷却コイルを、フィッティングを左上にしてオーブンに入れます。コイルの底面の中心をコイルブラケットの上に置く必要があります。

.



3. レストリクタチューブの端のフィッティングからステンレス鋼のプラグを取り外します。フィッティングの残りの部分はそのままにして置きます。
4. レストリクタチューブのフィッティングとコイルを接続します。1/16 インチナットを手できつく締めます。

5. コイルをオーブン底面に押し付け、3 本のブラケット脚でコイルを包むように折り曲げます。

6. 以下のことを確認します。
   - レストリクタチューブがオーブンに入り、上向きに曲がっている
   - レストリクタチューブがコイルに接続され、フィッティングが手できつく締められている
   - コイルがヒーターシュラウドの近くに置かれていて、最小限の接触を保っている
7. レストリクタチューブのナットを指できつく締めた後、1/2 回転締めます。2 つのレンチを使用します。

冷媒フィルタの取り付け

供給される CO_2 中の粒子によって冷媒バルブが詰まるという問題が起こることがあります。フィルタとコネクタによってこれを防ぎます。

1. フィルタ本体に矢印（流れの方向）があります。コネクタをフィルタの出口側の端に取り付けます。部品を以下のように組立てます。ナットを留めます。

2. GC の左側に冷媒シャーシがあります。

   冷媒シャーシには、購入した冷媒オプションに応じて、冷媒用に 1 つまたは 2 つのフィッティングがあります。図 54 を参照してください。

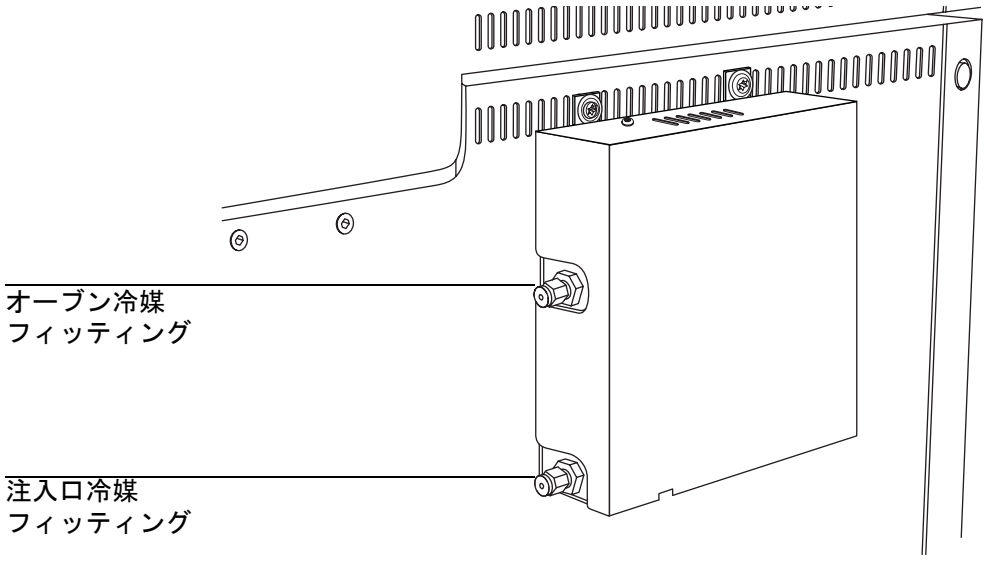


図 54. 6850 冷却冷媒フィッティング

3. 注入口とオーブンの冷却を使用する場合には、図 55 に示すように、「ティ」（部品番号 0100-0542）を冷媒フィッティングに取り付けます。SpectraLink 管（SL-8）を使用することをお勧めします。

警告 高圧の LCO_2 では、破裂を避けるため、厚い耐圧性のステンレス鋼管が必要となります。

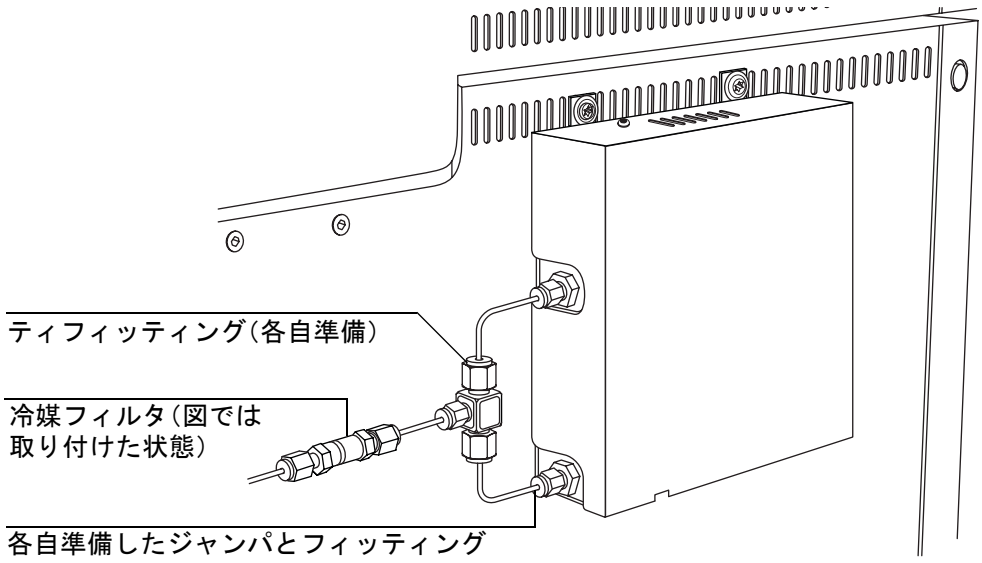


図 55. 冷却冷媒フィッティング

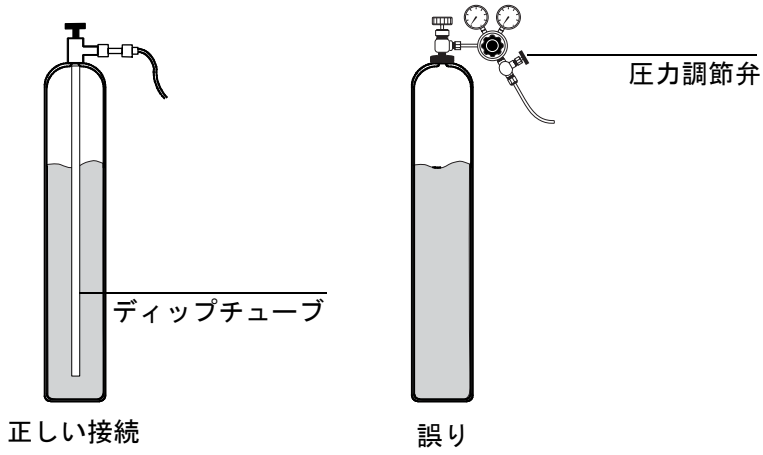
4. 冷媒入口フィッティングからナットとフェラルを取り外します。これらの部品を使用して、フィルタ / コネクタアセンブリを注入口フィッティングまたはティフィッティングに取り付けます。図 55 を参照してください。

冷媒冷却供給装置の接続

液体 CO_2 は容量 50 ポンドの高圧タンクで供給されます。タンクは、気体ではなく液体 CO_2 を供給するために内部ディップチューブまたはエダクタチューブを備えている必要があります。パッド付きタンクを使用してはいけません（他の気体が加わり、供給圧力が大きくなります)。

注意

CO_2 タンクに圧力調節弁を取り付けてはいけません。気化と冷却がオーブンではなく調節弁で起こるからです。



警告

すべてのフィッティングおよびチューブはステンレス鋼製でなければなりません。液体 CO_2 タンク内の圧力は最大 1000 psi になります。

1. CGA 320 を 1/4 インチ M NPT フィッティングによってタンクに接続し、次に Swagelok の部品番号 SS-200-7-4 1/4 インチ F NPT を 1/8 フィッティングチューブに接続します。
2. 直径 1/8 インチの厚肉ステンレス鋼チューブを使用して、タンクを冷却フィルタ入口に接続します。チューブの長さは最大 50 フィートです。

   タンクや GC が動きやすいように、ラインを少したるませます。チューブを巻き、端をしっかりと固定して、チューブが切れたときでも巻きつかないようにします。

コンフィグレーション

装置のガスフローと温度を正しくコントロールし、バルブが正しく動作するように、装置には手動でコンフィグレーションする設定があります。これには、キャリアガスと検出器ガスの種類、バルブの種類（取り付けられている場合）、時刻と日付が含まれます。Agilent では、工場でこれらのパラメータを設定します。一般に、検出器のチェックアウトメソッドで使用するのと同じガスを使用する場合には、特にコンフィグレーションは必要ありません。

追加のコンフィグレーションが必要なのは、以下の場合です。

- キャリアガスや検出器のメークアップガスを変更する場合
- 新しいハードウェアを取り付けた後
- ハードウェアを変更した後
- GC の時刻と日付の設定

GC を再コンフィグレーションするには、コントロールモジュールを使用します。6850 Series II User Information CD-ROM に入っている『6850 Series Control Module User Information』を参照してください。

設置の条件

GC 設置に必要なスペースと環境

表 39. 寸法と重量

高さ	幅	奥行き	重量
50 cm 61 cm（FPD）	29（標準） 34 cm（冷媒冷却） 37 cm（6850 ALS）	54 cm 64 cm（補助 EPC）	＜ 23 kg

表 40. 電源仕様と放熱量

電源電圧（± 10 %）	電流	最大消費電力	電源周波数	放熱量
通常のオーブン				
100 V*（日本）	15 A	1440 W	47.5 ～ 63 Hz	≦ 4800 BTU/ hour
120 V*（米国）	15 A	1440 W	47.5 ～ 63 Hz	≦ 4800 BTU/ hour
230 V*（ヨーロッパ）	12A 最大 8A 最少	2000 W	47.5 ～ 63 Hz	≦ 4800 BTU/ hour
高速過熱オーブン				
120 V*（米国）	20 A	2400 W	47.5 ～ 63 Hz	≦ 4800 BTU/ hour
200 V*（日本）	12 A	2400 W	47.5 ～ 63 Hz	≦ 4800 BTU/ hour
230 V*（ヨーロッパ）	11 A	2400 W	47.5 ～ 63 Hz	≦ 4800 BTU/ hour

* 独立したアースを持つ専用のコンセントが必要です。

表 41. 温度および湿度範囲

	温度範囲	湿度範囲	高度範囲
運転時	15 ～ 35 ℃	5 ～ 95%	
最大	5 ～ 40 ℃	5 ～ 95%	≦ 2000 m

表 42. キャピラリカラムで推奨するガス

検出器	キャリアガス	推奨メークアップガス	2 番目の選択 / コメント	検出器、陽極パージ、リファレンスガス
Microcell Electron キャプチャ検出器	水素	アルゴン / メタン	窒素	陽極パージはメークアップと同じものを使用します。
	ヘリウム	アルゴン / メタン	窒素	
	窒素	窒素	アルゴン / メタン	
	アルゴン / メタン	アルゴン / メタン	窒素	
FID 検出器	水素	窒素	ヘリウム	検出器ガスとして水素と空気を使用しなければなりません。
FPD 検出器	水素	窒素		検出器では水素と空気を使用します。
	ヘリウム	窒素		
	窒素	窒素		
	アルゴン	窒素		
TCD 検出器	水素 ヘリウム 窒素	キャリアガスおよびリファレンスガスと同じものを使用します。	キャリアガスおよびリファレンスガスと同じものを使用します。	リファレンスガスはキャリアガスとメークアップガスと同じものを使用します。

表 43. 充填カラムで推奨するガス

検出器	キャリアガス	キャリアガスについてのコメント	検出器、またはリファレンスガス
Microcell Electron キャプチ検出器	窒素	感度最高	窒素
	アルゴン / メタン	ダイナミックレンジ最大	アルゴン / メタン
FID 検出器	窒素	感度最高	窒素
	ヘリウム	ダイナミックレンジ最大	
FPD 検出器	水素		検出器では水素と空気を使用します。
	ヘリウム		
	窒素		
	アルゴン		
TCD 検出器	ヘリウム	一般用途	リファレンスガスはキャリアガスと同じガスを使用します。
	水素	感度最高 [1]	
	窒素	水素検出用 [2]	
	アルゴン	水素検出感度最高 [2]	

[1] ヘリウムよりわずかに高い感度が得られる。いくつかの化合物で互換性がない。

表 43. 充填カラムで推奨するガス (続き)

[2] 水素やヘリウムの分析に使用。他の化合物では感度が著しく低下。

表 44. ガスの推奨純度

ガス	キャリアガスまたはキャピラリメークアップガスとして使用する場合の純度	検出器サポートガスとして使用する場合の純度
ヘリウム	99.9995%	99.9995%
窒素	99.9995%	99.9995%
水素	99.9995%	99.9995%
アルゴン / メタン	99.9995%	99.9995%
空気（乾燥）	（使用しない）	ゼログレードまたはそれ以上

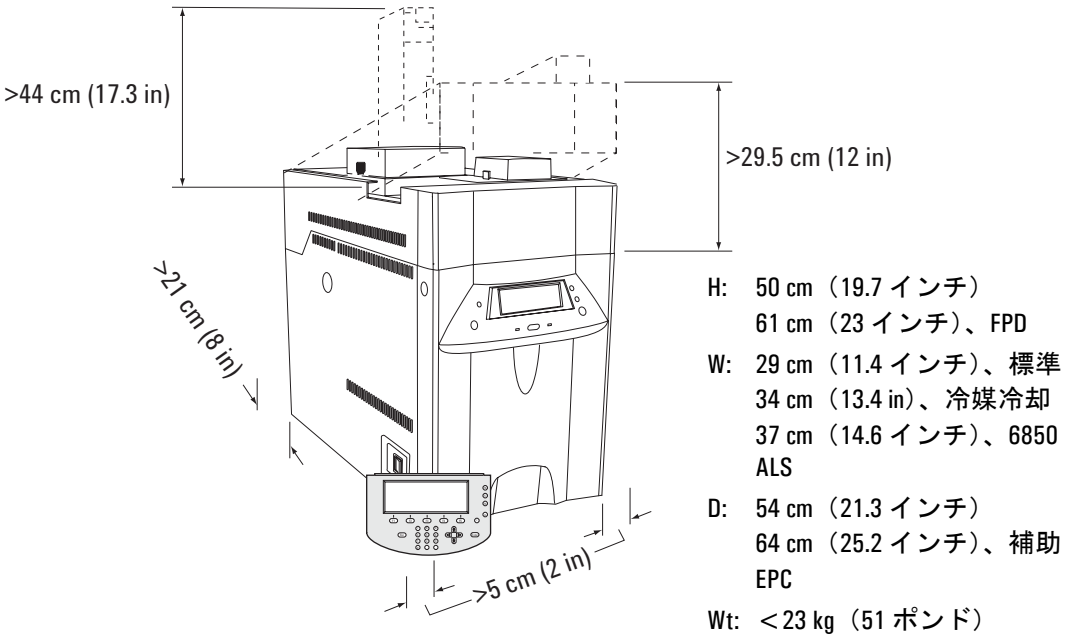


図 56. 6850 GC 設置に必要なスペース